# Dix-huitièmes
# Journées Nationales de Chimie

**Eighteenth National Days of Chemistry**

# JNC 2014

Organized by the

## Société Chimique de Tunisie

**December 21st – 23rd, 2014**

***El Mouradi Skanes Hotel, Skanes-Monastir, Tunisia***

**Lectures and Communications Abstracts**
**List of Participants**

| Short Program of the JNC 2014 | |
|---|---|
| ***Sunday 21 December 2014*** | |
| **09.00 - 09.30** | **O p e n i n g C e r e m o n y** |
| **09.30 - 10.10** | **Plenary Lecture 1 : Michele ZEMA**<br>*University of Pavia - Italy* |
| **10.15 - 11.15** | **Oral Communications - First Session : (Room A, B & C)** |
| **11.15 - 11.45** | **C o f f e e b r e a k** |
| **11.45 – 13.00** | **Oral Communications - Second Session** |
| **13.00** | ***L u n c h*** |
| **14.30 - 15.00** | **Invited Lecture 1 : Stefan CHASSAING**<br>*Institut des Technologies Avancées en Sciences du Vivant, Toulouse, France* |
| **15.00 – 16.30** | **Oral Communications - Third Session** |
| **16.30 - 17.30** | **C o f f e e b r e a k + Poster Session 1 (P 1 - P 55)** |
| **17.30 – 18.45** | **Oral Communications - Fourth Session** |
| **19.30** | ***D i n n e r*** |
| ***Monday 22 December 2014*** | |
| **08.30 - 09.10** | **Plenary Lecture 2 : Denis MERLET**<br>*University of Paris-Sud - Orsay, France* |
| **09.15 – 10.30** | **Oral Communications - Fifth Session** |
| **10.30 - 11.30** | **C o f f e e b r e a k + Poster Session 2 (P 56 - P 110)** |
| **11.30 – 12.45** | **Oral Communications - Sixth Session** |
| **13.00** | ***L u n c h*** |
| **14.30 - 15.10** | **Plenary Lecture 3 : Ridha BEN SALEM**<br>*University of Sfax - Sciences Faculty of Sfax, Tunisia* |
| **15.15 – 16.30** | **Oral Communications - Seventh Session** |
| **16.30 - 17.30** | **C o f f e e b r e a k + Poster Session 3 (P 111 - P 165)** |
| **17.30 – 18.45** | **Oral Communications - Eighth Session** |
| **19.30** | ***D i n n e r*** |
| ***Tuesday 23 December 2014*** | |
| **08.30 - 09.00** | **Invited Lecture 2 : Amor HADDAD**<br>*Institut Supérieur des Sciences Appliquées et de Technologie - Mahdia, Tunisia* |
| **09.00 – 10.15** | **Oral Communications - Ninth Session** |
| **10.15 - 11.15** | **C o f f e e b r e a k + Poster Session 4 (P 166 - P 230)** |
| **11.15 – 11.30** | **Oral Communications - Tenth Session** |
| **13.00** | ***L u n c h*** |
| **15.00 - 15.30** | **Invited Lecture 3 : Jean Marc GRENECHE**<br>*University of Maine - Le Mans, France* |
| **15.30 – 16.00** | **Awards distribution and Closing Ceremony** |
| **16.00 – 16.30** | **C o f f e e b r e a k** |
| **17:00 - 19:30** | **Ordinary General Assembly of the Tunisian Chemical Society** |
| **19.30** | ***D i n n e r*** |
| **21:00** | **Election of the New National Bureau of the Tunisian Chemical Society - Counting of votes and announcement of results** |

# FOREWORD

On behalf of the organizing committee, we would like welcome you to the 18th National Days of Chemistry (**JNC18**) organized by the Tunisian Chemical Society. This biannual event emphasize on the role of chemistry and chemists in the various aspects of life.

The eighteenth edition "**JNC18**" crowns stock of the activities of our scientific society in the last two years. They were marked by the organization of three major events:

- The sixth edition of Solid Chemistry Days;
- The first edition of Science and Engineering of Polymeric Materials;
- The sixth edition of Franco-Tunisian Days of Organic Chemistry.

The scientific program promises to be exciting with 6 plenary and invited lectures, 150 oral presentations and 230 posters in four sessions. In addition four posters prizes will be awarded. A guest lecture will be given by Dr. Michele Zema, Project Manager for the International Year of Crystallography 2014 (IYCr2014). Topics discussed during these JNC18 are varied ranging from organic chemistry through the bio-organic and food chemistry, inorganic chemistry with all its specialties, polymer chemistry and analytical chemistry.

Many thanks for all participants and for all invited speakers who firmly accepted to contribute lectures at the event.

Happy 18th National Days of Chemistry at all.

**Mohamed Moncef Chaabouni**
Président of the SCT

## SCIENTIFIC COMMITTEE

| | |
|---|---|
| **Taycir BEN AYED** | Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie - Tunis |
| **Ridha BEN SALEM** | Faculté des Sciences de Sfax |
| **Amor HADDAD** | Institut Supérieur des Sciences Appliquées et de Technologie - Mahdia |
| **Latifa BARGAOUI** | Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie - Tunis |
| **Nizar BELLAKHAL** | Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie - Tunis |
| **Mehrez ROMDHANE** | Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gabès |
| **Mohamed KHITOUNI** | Faculté des Sciences de Sfax |
| **Taoufik BOUBAKER** | Faculté des Sciences de Monastir |
| **Hatem BEN ROMDHANE** | Faculté des Sciences de Tunis |
| **Farhat REZGUI** | Faculté des Sciences de Tunis |
| **Adel MEGRICHE** | Faculté des Sciences de Tunis |

## ORGANIZING COMMITTEE

| | |
|---|---|
| **Mohamed Moncef CHAABOUNI** | Ecole Supérieure des Industries Alimentaires de Tunis |
| **Mohamed Mouldi ABDELKAFI** | Faculté des Sciences de Tunis |
| **Halim HAMMI** | Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux de Borj Cédria |
| **Adel MEGRICHE** | Faculté des Sciences de Tunis |
| **Imed LAAJIMI** | Société Chimique de Tunisie |
| **Hatem MAJDOUB** | Faculté des Sciences de Monastir |
| **Samir DJEMAL** | Instiut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieur de Sfax |
| **Béchir BEN HASSINE** | Faculté des Sciences de Monastir |
| **Béchir DBIRA** | Institut Supérieur des Etudes Technologiques de Zaghouan |
| **Rym ABIDI** | Faculté des Sciences de Bizerte |

| *Saturday 20 December 2014* | |
|---|---|
| **15.00** | **Welcoming participants, distribution of documents and check in** |
| **19.00** | ***D i n n e r*** |

**Being on time is the main factor for conference's success**

| *Sunday 21 December 2014 (Morning)* | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **09.00 - 09.30** | **O p e n i n g C e r e m o n y** | | | | | |
| **09.30 - 10.10** | **Plenary Lecture 1** **Michele ZEMA**<br>*University of Pavia - Italy*<br>**Chemistry and crystallography: Our enduring common journey** | | | | *Chairperson:* **Habib Boughzala** | |
| **Oral Communications - First Session** | | | | | | |
| | **Room A** *M.L. Efrit* | | **Room B** *B. Dbira* | | **Room C** *B. Ben Hassine* | |
| | *Com.* | *communicating* | *Com.* | *communicating* | *Com.* | *communicating* |
| **10.15 - 10.30** | **OC15 A** | F. Aloui | **OC47 B** | S. Ayed | **OC01 C** | S. Bouacida |
| **10.30 - 10.45** | **OC05 A** | K. Chouaib | **OC02 B** | A. Rezgui | **OC02 C** | N. Ben Salah |
| **10.45 - 11.00** | **OC47 A** | S. Ben Salah | **OC05 B** | S. El Gharbi | **OC11 C** | M.A. Chaouch |
| **11.00 - 11.15** | **OC38 A** | M. Ben Braiek | **OC51 B** | W. Raissi | **OC04 C** | I. Kacem |
| **11.15 - 11.45** | **C o f f e e b r e a k** | | | | | |
| **Oral Communications - Second Session** | | | | | | |
| | **Room A** *T. Ben Ayed* | | **Room B** *B. Dbira* | | **Room C** *M. Askri* | |
| | *Com.* | *communicating* | *Com.* | *communicating* | *Com.* | *communicating* |
| **11.45 - 12.00** | **OC34 A** | M. Zayane | **OC06 B** | S. Chemingui | **OC05 C** | S. Kammoun |
| **12.00 - 12.15** | **OC21 A** | S. Ghannay | **OC07 B** | M. Chaker | **OC06 C** | Maissa Khemakhem |
| **12.15 - 12.30** | **OC18 A** | D. Mtat | **OC08 B** | F. Ghariani | **OC07 C** | H. Benmoussa |
| **12.30 - 12.45** | **OC14 A** | M. Gloulou | **OC43 B** | H. Aouadi | **OC12 C** | L. Ghribi |
| **12.45 - 13.00** | **OC20 A** | J. Brahmi | | | **OC09 C** | M. Trimeche |
| **13.00** | ***L u n c h*** | | | | | |

## Being on time is the main factor for conference's success

| *Sunday 21 December 2014 (Afternoon)* | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **14.30 - 15.00** | **Invited Lecture 1** **Stefan CHASSAING**<br>*Institut des Technologies Avancées en Sciences du Vivant, Toulouse, France*<br>**Synthetic methodologies involving flavylium salts & zeolites** | | | | | *Chairperson:* **Souhir Gharbi** |
| **Oral Communications - Third Session** | | | | | | |
| | **Room A** *H. M'Rabet* | | **Room B** *K. Alouani* | | **Room C** *H. Majdoub* | |
| | *Com.* | *communicating* | *Com.* | *communicating* | *Com.* | *communicating* |
| **15.00 - 15.15** | **OC09 A** | L. Dammak | **OC09 B** | H. Douahem | **OC10 C** | K. Mkadmini Hammi |
| **15.15 - 15.30** | **OC10 A** | A. Farjallah | **OC10 B** | I. Bouaoun | **OC03 C** | M. Boubaker |
| **15.30 - 15.45** | **OC11 A** | K. Bokri | **OC11 B** | H. Jouini | **OC08 C** | H. Ghodhbane |
| **15.45 - 16.00** | **OC12 A** | D. Jabli | **OC12 B** | O. Hannafi | **OC13 C** | A. Jelassi |
| **16.00 - 16.15** | **OC13 A** | D. Ghedira | **OC13 B** | M. Hamandi | **OC14 C** | M. Yahyaoui |
| **16.15 - 16.30** | **OC03 A** | H. Maouati | **OC14 B** | M. Fadhli | **OC15 C** | S. Sliti |
| **16.30 - 17.30** | **C o f f e e b r e a k + Poster Session 1 (P 1 - P 55)** | | | | | |
| **Oral Communications - Fourth Session** | | | | | | |
| | **Room A** *A. Ben Akacha* | | **Room B** *B. Dbira* | | **Room C** *H. Ben Romdhane* | |
| | *Com.* | *communicating* | *Com.* | *communicating* | *Com.* | *communicating* |
| **17.30 - 17.45** | **OC01 A** | Z. Amara | **OC15 B** | I. Ben Saïd | **OC16 C** | L. Aloui |
| **17.45 - 18.00** | **OC17 A** | R. Hassani | **OC16 B** | Amel Hamdi | **OC17 C** | M. Msahel |
| **18.00 - 18.15** | **OC07 A** | K. Ben Ayed | **OC17 B** | F. Ajala | **OC18 C** | I. Abdelhedi Miladi |
| **18.15 - 18.30** | **OC19 A** | K. Aouadi | **OC18 B** | F. Saida | **OC19 C** | R. Medimagh |
| **18.30 - 18.45** | **OC08 A** | A. Bouattour | **OC19 B** | S. Mokaddem | **OC20 C** | M. Ben Gara |
| **19.30** | ***D i n n e r*** | | | | | |

**Being on time is the main factor for conference's success**

| *Monday 22 December 2014 (Morning)* | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **08.30 - 09.10** | **Plenary Lecture 2** **Denis MERLET**<br>*University of Paris-Sud - Orsay, France*<br>**New developments in NMR using Chiral Liquid Crystals Solvents: A Powerful Tool to Observe Enantiomers and structural determination** | | | | *Chairperson:* **Ikram CHEHIDI** | |
| **Oral Communications - Fifth Session** | | | | | | |
| | **Room A** *F. Rezgui* | | **Room B** *M. Khitouni* | | **Room C** *M. Romdhane* | |
| | *Com.* | *communicating* | *Com.* | *communicating* | *Com.* | *communicating* |
| **9.15 - 9.30** | **OC02 A** | A. Belhadhria | **OC20 B** | I. Fitouri | **OC21 C** | A. Bouaziz |
| **9.30 - 9.45** | **OC06 A** | I. Abid | **OC21 B** | A. Souamti | **OC22 C** | K. Elfehri |
| **9.45 - 10.00** | **OC22 A** | M.A.K. Sanhoury | **OC22 B** | R. Kahlaoui | **OC23 C** | K. Mnif |
| **10.00 - 10.15** | **OC23 A** | N. Sbei | **OC23 B** | A. Hannachi | **OC24 C** | Marwa Khemakhem |
| **10.15 - 10.30** | **OC24 A** | N. Tka | **OC24 B** | E. Belarbi | **OC25 C** | R. Bel Hassen |
| **10.30 - 11.30** | **C o f f e e b r e a k + Poster Session 2 (P 56 - P 110)** | | | | | |
| **Oral Communications - Sixth Session** | | | | | | |
| | **Room A** *M. Askri* | | **Room B** *J.M. Greneche* | | **Room C** *T. Ben Ayed* | |
| | *Com.* | *communicating* | *Com.* | *communicating* | *Com.* | *communicating* |
| **11.30 - 11.45** | **OC25 A** | M. Boukari | **OC25 B** | A. Cherif | **OC26 C** | W. Maatar |
| **11.45 - 12.00** | **OC26 A** | O. Ben Ahmed | **OC26 B** | M. Aloui | **OC27 C** | W. Marzouk |
| **12.00 - 12.15** | **OC27 A** | L. Bahri | **OC27 B** | S. Karoui | **OC28 C** | F. Hajji |
| **12.15 - 12.30** | **OC28 A** | Z. Baccari | **OC28 B** | K. Mahmoudi | **OC29 C** | M. Hammami |
| **12.30 - 12.45** | **OC29 A** | I. Jamaoui | **OC29 B** | M. Dhahri | **OC30 C** | N.E. Ben Ammar |
| **13.00** | ***L u n c h*** | | | | | |

**Being on time is the main factor for conference's success**

| *Monday 22 December 2014 (Afternoon)* | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **14.30 - 15.10** | **Plenary Lecture 3** **Ridha BEN SALEM**<br>*University of Sfax - Sciences Faculty of Sfax, Tunisia*<br>**La chimie verte : Approches et illustrations** | | | | *Chairperson:*<br>**Farhat Rezgui** | |
| **Oral Communications - Seventh Session** | | | | | | |
| | **Room A**<br>*B. Ben Hassine* | | **Room B**<br>*L. Bargaoui* | | **Room C**<br>*T. Boubaker* | |
| | *Com.* | *communicating* | *Com.* | *communicating* | *Com.* | *communicating* |
| **15.15 - 15.30** | **OC30 A** | O. Cherif | **OC30 B** | J. Abdelhak | **OC31 C** | M. Dallel |
| **15.30 - 15.45** | **OC31 A** | A. Chaker | **OC31 B** | W. Selmi | **OC32 C** | Z. Trabelsi |
| **15.45 - 16.00** | **OC32 A** | A. Karoui | **OC32 B** | S. Zouari | **OC33 C** | W. Dridi |
| **16.00 - 16.15** | **OC49 A** | S. Blili | **OC33 B** | B. El Mabrouk | **OC34 C** | K. Sadouki |
| **16.15 - 16.30** | **OC16 A** | H. Guédouar | **OC34 B** | R. Hamdi | **OC35 C** | M. Rajah |
| **16.30 - 17.30** | **C o f f e e b r e a k + Poster Session 3 (P 111 - P 165)** | | | | | |
| **Oral Communications - Eighth Session** | | | | | | |
| | **Room A**<br>*S. Chassaing* | | **Room B**<br>*R. Zouari* | | **Room C**<br>*M. Dammak* | |
| | *Com.* | *communicating* | *Com.* | *communicating* | *Com.* | *communicating* |
| **17.30 - 17.45** | **OC35 A** | M. Znati | **OC35 B** | A. Nmiri | **OC36 C** | M. Mrad |
| **17.45 - 18.00** | **OC36 A** | K. Hamrouni | **OC36 B** | N. Hosni | **OC37 C** | H. Salhi |
| **18.00 - 18.15** | **OC37 A** | C. Ben Azzeddine | **OC37 B** | F. Ghoudi | **OC38 C** | L. Khalfa |
| **18.15 - 18.30** | **OC04 A** | I. Chniti | **OC38 B** | Y. Zargouni | **OC39 C** | M. Mattoussi |
| **18.30 - 18.45** | **OC39 A** | H. Elleuch | **OC39 B** | K. Harrath | **OC40 C** | N. Kaabi |
| **19.30** | ***D i n n e r*** | | | | | |

**Being on time is the main factor for conference's success**

| *Tuesday 23 December 2014 (Morning)* | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **08.30 - 09.00** | **Invited Lecture 2** **Amor HADDAD**<br>*Institut Supérieur des Sciences Appliquées et de Technologie - Mahdia, Tunisia*<br>**La liaison chimique dans tous ses états** | | | | *Chairperson:* **Mohamed Jemal** | |
| **Oral Communications - Ninth Session** | | | | | | |
| | **Room A** *R. Ben Salem* | | **Room B** *R. Zouari* | | **Room C** *N. Bellakhal* | |
| | *Com.* | *communicating* | *Com.* | *communicating* | *Com.* | *communicating* |
| **9.00 - 9.15** | **OC40 A** | R. Mallek | **OC40 B** | O. Zammouri | **OC41 C** | H. Guedidi |
| **9.15 - 9.30** | **OC41 A** | A. Mejri | **OC41 B** | A. Soussi-Baatout | **OC42 C** | C. Annabi |
| **9.30 - 9.45** | **OC42 A** | A. Zaatour | **OC42 B** | H. Chihi | **OC43 C** | K. Brahmi |
| **9.45 - 10.00** | **OC43 A** | R. Zarrougui | **OC04 B** | N. Kallel-Kchaou | **OC44 C** | A. Hattab |
| **10.00 - 10.15** | **OC44 A** | N. Abid-Jarraya | **OC44 B** | S. Mrad | **OC45 C** | M. El Ati-Hellal |
| **10.15 - 11.15** | **C o f f e e b r e a k + Poster Session 4 (P 166 - P 230)** | | | | | |
| **Oral Communications - Tenth Session** | | | | | | |
| | **Room A** *I. Chehidi* | | **Room B** *B. Chaouachi* | | **Room C** *F. Sediri* | |
| | *Com.* | *communicating* | *Com.* | *communicating* | *Com.* | *communicating* |
| **11.15 - 11.30** | **OC45 A** | M. Cherif-Lahimer | **OC45 B** | D. Rtibi | **OC46 C** | A. Boughalmi |
| **11.30 - 11.45** | **OC46 A** | S. Gharbi | **OC46 B** | S. Kefi | **OC47 C** | A. Boubakri |
| **11.45 - 12.00** | **OC48 A** | S. Dbira | **OC01 B** | L. Khedhiri | **OC48 C** | L. Ben Saad |
| **12.00 - 12.15** | **OC33 A** | I. Filali | **OC48 B** | A. Messaâdi | **OC49 C** | O. Bechambi |
| **12.15 - 12.30** | **OC50 A** | R. Driouich Chaouachi | **OC49 B** | N. Etteyeb | **OC50 C** | A. Ghazouani |
| **12.30 - 12.45** | | | **OC03 B** | A. Siaï | **OC51 C** | N. Ghazouani |
| **13.00** | ***L u n c h*** | | | | | |

**Being on time is the main factor for conference's success**

| *Tuesday 23 December 2014 (Afternoon)* | | |
|---|---|---|
| **15.00 - 15.30** | **Invited Lecture 3** **<u>Jean Marc GRENECHE</u>**<br>*University of Maine - Le Mans, France*<br>**Mössbauer spectrometry: A powerful tool to investigate the local order in materials** | *Chairperson:*<br>**Mohamed Khitouni** |
| **15.30 - 16.00** | **Awards distribution and Closing Ceremony** | |
| **16.00 – 16.30** | **C o f f e e b r e a k** | |
| **17:00 - 19:30** | **Ordinary General Assembly**<br>**of the Tunisian Chemical Society** | |
| **19.30** | ***D i n n e r*** | |
| **21:00** | **Election of the new National Bureau of the Tunisian Chemical Society**<br>**Counting of votes and announcement of results** | |

| *Wednesday 24 December 2014* |
|---|
| **Breakfast and leaving the hotel** |

# Speakers' CVs & Abstracts

# Michele Zema

Michele Zema is Project Manager for the International Year of Crystallography 2014 (IYCr2014) at the International Union of Crystallography (IUCr) and lecturer in Mineralogy and Crystallography at the University of Pavia, Italy from 2002. He took a degree in Chemistry in 1993 and a PhD in Mineralogy and Crystallography in 1997. From 1997 to 2002 he has been manager of the X-ray crystallographic facility at the Centro Grandi Strumenti of the University of Pavia. He was awarded with Premio SIMP (Società Italiana di Mineralogia e Petrologia) "Ugo Panichi" for outstanding researchers in mineralogy in 2008.

Michele Zema is member of the Commissions on Crystallographic Teaching of the Italian Crystallographic Association (coordinator from 2011 to 2014) and of the International Union of Crystallography. He has an intense activity for the organization of meetings and schools. Among the others (e.g., AIC International Schools 2009, 2011, 2012, 2013; 1st SIMP-AIC Joint Meeting 2008; EBSDays 2009; Workshop "Advances in crystallographic methods for the study of magnetism" 2009; MISCA 2010; 89th SIMP Meeting, 2010), he has been Director of the 1st European Crystallography School, held in Pavia, 2014.

His research activity deals mainly with the structural behaviour of mineral solid solutions and materials under different conditions of pressure and temperature, and is particularly focussed on the study of the dynamics of cation ordering phenomena, phase transitions and other intracrystalline reactions. He is interested and actively engaged upon a number of projects. Examples range from order-disorder processes in silicates and oxide minerals and synthetic analogues to in situ hydration/dehydration reactions (eg. zeolites, micas, amphiboles, sulphates and arsenates, etc.) and phase transitions, from basic aspects of solid state reactivity to structure-properties relationships of strategic materials for technological applications.

Michele Zema authored 70 ISI publications (H-index 15), one book chapter and several abstracts of communications presented at national and international conferences. He also gave keynotes and invited seminars. In his capacity as Project Manager for IYCr2014, he gave many opening speeches, plenary lectures and invited talks about the dissemination of crystallography

# Chemistry and crystallography: Our enduring common journey

Michele Zema[1,2] and Serena C. Tarantino[2]

[1]*International Union of Crystallography, Chester, UK;*
[2]*University of Pavia, Italy*

"*It is structure that we look for whenever we try to understand anything. All science is built upon this search; we investigate […] how crystals aggregate; how atoms are fastened together; how electrons constitute a chemical bond between atoms*". This sentence of Linus Pauling (1950) clearly reflects the tight engagement between chemistry and crystallography. Crystallography underpins all science today, as it enables to access the inner structure of matter and relates it to properties and functionality of any kind of compound. Understanding the structure of matter has given a new path to scientific research, has transformed industries and created new frontiers, from the design of new medicines and materials to assessing the mineral content of Mars.

In July 2012, the UN General Assembly proclaimed 2014 as International Year of Crystallography (IYCr2014), recognizing that humankind's understanding of the material nature of our world is grounded, in particular, in our knowledge of crystallography, and stressing that education about and the application of crystallography are critical in addressing fundamental challenges. The International Union of Crystallography (IUCr) and UNESCO have developed a special programme for IYCr2014 aimed at improving public awareness of the field, boost access to instrumentation and high-level research, nurture "home-grown" crystallographers in developing nations, and increase international collaborations for the benefit of future generations.

In this talk, in order to highlight such close interaction between chemistry and crystallography, a classical phenomenon, very well known to all students of any chemistry class, *i.e.* the Jahn-Teller effect, will be analysed in the context of the crystalline structure of $AB_2X_4$ spinel. It will be shown how the tetragonal distortion of the $CuCr_2O_4$ spinel due to a cooperative Jahn-Teller effect can be suppressed either by increasing the temperature or by gradually substituting the d9 Cu(II) cation with the spherical and closed-shell Mg(II) cation, thus forming the $Mg_xCu_{1-x}Cr_2O_4$ solid solution. The $Mg^{2+}$ ions, in fact, distributed on the tetrahedral sites, dilute the nearest neighbour interactions of the $Cu^{2+}$ ions, thus reducing the efficiency of the cooperative distortion. A complete structural characterization of the geometric features related to this phase transitions will be given based on room temperature and in situ high temperature single-crystal X-ray diffraction data.

## References

Linus Pauling, 'The Place of Chemistry in the Integration of the Sciences', Main Currents in Modern Thought (1950), 7, 110.

# Stefan Chassaing

Stefan CHASSAING, Dr
Institut des Technologies Avancées en Sciences du Vivant
CNRS-USR3505
1 place Pierre POTIER, 31006 TOULOUSE, FRANCE
tel - +33 5 82 99 10 28 / +33 6 87 42 88 51
mel - stefan.chassaing@itav.fr
Date and Location of Birth: 1975, August 2th, in Haguenau, France.

**Academic Position**

**Since September 2008 - Maître de Conférences** at the Université P. Sabatier, Toulouse, France

**Since January 2013 -** Group Leader of SOMo group at the Institut des Technologies Avancées en sciences du Vivant (for details, see, http:// www.itav-recherche.fr/index.php/fr/recherche)

**Education**

**2007-2008 - Postdoc Associate** at the Institut Européen de Chimie & Biologie, Université de Bordeaux, Bordeaux, France *(Team of Pr. S. QUIDEAU) - Studies in ellagitannin & flavonoid chemistries*

**2006 - Postdoc Associate** at the Université L. PASTEUR, Strasbourg, France *(Team of Pr. J. SOMMER) - Applications of acidic & metal-doped zeolites in organic synthesis*

**2006 - Ph.D. in Organic Chemistry** at the Université L. PASTEUR, Strasbourg, France *(Team of Pr. R. BROUILLARD) - Studies in flavonoid synthesis - (Poly)phenols chemistry*

**Scientific Production and Lectures**

- 40 publications including 5 chapter books - H-index 13
- 5 lectures

**Honors & Awards**

- 2014 - Research Award from the NOVELA event of TOULOUSE
- 2013 - Young Investigator Award from the Institut de Chimie de TOULOUSE
- 2012 - Guest Editor of two special issues in Current Organic Chemistry devoted to (Poly)phenol Chemistry (*ie*, Curr. Org. Chem. **2012**, *6*, 555-690 and Curr. Org. Chem. **2012**, *6*, 692)

**Research Interests**

Total synthesis of natural products of biological/medicinal relevance - Development of synthetic methodologies in accordance with "green chemistry" principles - Conception and synthesis of photoactivatable fluorophores for applications in biological imaging and/or pharmacology

**Keywords**: organic synthesis, physical & green chemistries, chemical biology

# Synthetic methodologies involving flavylium salts & zeolites

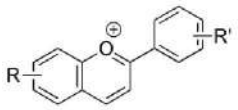
Stefan CHASSAING

*Institut des Technologies Avancées en sciences du Vivant, Toulouse, FRANCE*
stefan.chassaing@itav.fr

The development of synthetic tools able to connect highly functionalized fragments still constitutes an exciting challenge for organic chemists, such tools thus allowing the access to compounds of therapeutic, diagnostic or even theoretical relevance. To that purpose were proposed in the late 90's two sets of principles, the so-called click-[1] and green-[2] chemistry principles which are now applied in a quasi routine manner by the community of synthetic chemists.
According to these sets of principles, we are focused on the development of new methodologies and in this talk, a particular attention will be given:

i) to the synthesis of flavylium-based pigments which are notably responsible for a wide range of colors (from shades of red to blue) of flowers, fruits to red wine[3,4].

ii) to the potential of zeolites as heterogeneous catalysts prone to promote either cycloaddition, coupling or multi-component reactions[5,6]. The easy-to-prepare, easy-to-handle and recyclable features of these "green" catalysts will be highlighted.




**structure of flavylium-based pigments**

**ZSM5 as an illustrative example of structured zeolite**

---

[1] (a) Sharpless K. B. *et al. Angew. Chem., Int. Ed.* **2001**, *40*, 2004. (b) Kolb H. C. & Sharpless K. B. *Drug Discovery Today* **2003**, *8*, 1128-1137.

[2] (a) Anastas P. T. *et al. Green Chem.* **1998**, 1. (b) Anastas P. T. *et al. Chem. Rev.* **2007**, *107*, 2169.

[3] For some reviews dealing with flavylium-based pigments, see: (a) Pina F. *et al. Chem. Soc. Rev.* **2012**, *41*, 869. (b) Pina F. *et al. Dyes Pigments* **2012**, *92*, 877.

[4] (a) Chassaing S. *et al. Eur. J. Org. Chem.* **2007**, *15*, 2438. (b) Chassaing S. *et al. Synlett* **2007**, 1067. (c) Chassaing S. *et al. Tetrahedron Lett.* **2008**, *49*, 6999. (d) Chassaing S. *et al. Synlett* **2012**, 2053. (e) Chassaing S. *et al. Tetrahedron* **2014**, *doi 10.1016/ j.tet.2014.10.058*.

[5] For some reviews, see: (a) Chassaing S. *et al. Synthesis* **2010**, 1555. (b) Chassaing S. *et al. Z. Naturforsch. B: Chem. Sci.* **2010**, *65b*, 783.

[6] (a) Chassaing S. *et al. Org. Lett.* **2007**, *9*, 883. (b) Chassaing S. *et al. Org. Lett.* **2007**, *9*, 3889. (c) Chassaing S. *et al. Chem. Eur. J.* **2008**, *14*, 6713. (d) Chassaing S. *et al. Tetrahedron* **2008**, *64*, 8922. (e) Pale P. *et al. Chem. Eur. J.* **2009**, *15*, 2810. (f) Pale P. *et al. Tetrahedron Lett.* **2010**, *51*, 3673. (g) Pale P. *et al. Eur. J. Org. Chem.* **2010**, 6338.

# Denis Merlet

Professor of Chemistry
At Université Paris-Sud

Equipe de RMN en milieu orienté
ICMMO, UMR 8182 CNRS
Bat 410, Université Paris-Sud
Rue du Doyen Georges Poitou
91400 Orsay - France

E-mail : denis.merlet@u-psud.fr

Jan. 1988 - Jul. 1991. Université Paris 7-Denis Diderot, France. PhD.
"**On various aspects of enantiomeric differentiation by NMR in chiral liquid crystals."**

Sept. 1998 – Sept. 1999. University of Southampton, UK. Post-doc.

Sept. 1999 – Oct. 2008. Université Paris-Sud. Associate Professor.

Dec. 2007 Université Paris-Sud. Habilitation à diriger des recherches.
**"From the development of new NMR methods in chiral liquid crystal solvent to the analytical content of the anisotropic data."**

Oct. 2008 – Université Paris-Sud. Professor.

Oct. 2008 – Head of the team "RMN en milieu orienté".

**Award :**
Sept. 1998 : "Lavoisier" post doctoral grant from the Ministry of Foreign Affairs

# New developments in NMR using Chiral Liquid Crystals Solvents: A Powerful Tool to Observe Enantiomers and structural determination.

Denis Merlet, Christie Aroulanda, Jonathan Farjon,
Nicolas Giraud, Abdelkrim Meddour

*Equipe de RMN en milieu Orienté*
*Université Paris-Sud. ICMMO UMR 8182. Bat. 410.91405, Orsay, France*.
Tel. 01-69-15-70-17. Fax 01-69-15-81-05 - E-mail : denis.merlet@u-psud.fr.

A quick literature search on the use of the oriented media in NMR, usually a liquid crystal phase, demonstrates the growing interest of scientists for these solvents. In such anisotropic phases, molecular orientational order is not zero on average, unlike the isotropic media. So we have access, as in the solid state NMR, orientational order-sensitive magnetic interactions, namely dipolar coupling, chemical shift anisotropy, quadrupolar coupling for nuclei of spin I >1/2. These measurable are important because they depend on the geometry of the solute in solution, especially the dipolar coupling. In addition, if the liquid crystal is chiral, enantiomers are not similarly oriented due to the chirality of the molecules constituting the oriented solvent. Consequently the spectra are different for enantiomers and lead to their differentiation by NMR. This method proved to be much broader than the traditional methods at the sight of the number and the variety of different chemical functions tested successfully using nuclei such as $^{13}C$, $^{2}H$, $^{19}F$ NMR... [1,2] However it is necessary to develop NMR experiences for extracting simply and quickly these couplings.[3-5]
In this presentation, we will show the recent NMR methodology development to simplify the analysis of the spectra in isotropic but also in oriented media. These experiments will permit to easily visualize and quantify the enantiomers. Various examples will be presented showing the generality of these methodologies.[6-8]
In the second part, we will demonstrate that the anisotropic interactions, especially the dipolar couplings, can be used to have structural informations which cannot be obtain in classical isotropic medium. [9-10]

## Bibliography.

1. **CANET I., COURTIEU J., LOEWENSTEIN A., MEDDOUR A., PECHINE J. M.,** *J. Am. Chem. Soc.* **1995**, 117, 6520.
2. **MEDDOUR A., BERDAGUE P., HEDLI A., COURTIEU J., LESOT P.,** *J. Am. Chem. Soc.* **1997**, 119, 4502.
3. **FARJON J., BALTAZE J.P., LESOT P., MERLET D., COURTIEU J.,** *Magn. Reson. Chem.* **2004**, 594.
4. **FARJON J ZIANI L., BEGUIN L., MERLET D., COURTIEU J.,** *Annual Reports on NMR Spectroscopy* ,**2007**, 61, 283.
5. **ZIANI L., COURTIEU J., MERLET D.,** *J. Magn. Res.* **2006**, 183, 60.
6. **PALOMINO M., KHUDR H., COURTIEU J., MERLET D., MEDDOUR A.,** *Magn. Reson. Chem.* **2012**, *50*, S12-S16
7. **DI PIETRO M.-E., AROULANDA C., MERLET D.,** *Journ. Magn. Resonn.* **2013**, *234*, 101-105
8. **GIRAUD N., PITOUX D., OUVRARD J.M., MERLET D.,** Chemistry - A European Journal **2013**, 19(37), 12221-12224.
9. **DI PIETRO M. E., AROULANDA C., MERLET D., CELEBRE G. DE LUCA G.,** J. Phys. Chem. B **2014**, 118(30), 9007-9016
10. **DE LUCA G., EMSLEY J.W., LESAGE A., MERLET D.,** *Liquid Crystals* **2012**, *39*, 211

# Ridha Ben Salem

Ridha BEN SALEM, Professeur des Universités
Faculté des Sciences de Sfax - Université de Sfax
Laboratoire de Chimie Organique Physique
UR11ES74
Tel:00 216074275541– Fax : 00 216 74 274 437
Ridha.bensalem@voila.fr
Né le 16 octobre 1959 à Sfax, Marié, 1 enfant
*Adresse : Faculté des Sciences de Sfax, Département de Chimie, 3018 Sfax,*
B.P : 1171 Sfax TUNISIE.

**Parcours professionnel (Carrier)**

- Professeur d'Enseignement Supérieur à la Faculté des Sciences de Sfax à partir de septembre 2004.
- Maître de Conférences à la Faculté des Sciences de Sfax de 1999 à 2004
- Maître-Assistant à la Faculté des Sciences de Sfax de 1991 à 1999.
- Assistant de chimie à la Faculté des Sciences de Sfax de 1988 à 1991.
- Ingénieur au laboratoire de recherche à la Société Industrielle d'Acide Phosphorique et d'Engrais (S.I.A.P.E du 12/10/87 au 17/10/88
- Moniteur de Travaux Pratiques en Chimie à l'Université Louis Pasteur de Strasbourg de1985 à 1987.
- Directeur du Département de Chimie à la Faculté des Sciences de Sfax du 1/5/2005 au 30/6/2008.

**Formation et qualifications (Education)**

- Thèse de Doctorat d'Etat Es- Sciences soutenue à la Faculté des Sciences de Sfax le 20 novembre 1998 :
- Thèse de Doctorat de chimie de l'Université Louis Pasteur -Strasbourg en Chimie Organique soutenue le 25 Mai 1987.
- D.E.A. de Chimie organique obtenu en Juin 1985 à l'Ecole de Chimie de l'Université Louis Pasteur de Strasbourg (mention Assez Bien)
- Maîtrise Physique Chimie obtenue à l'Ecole Normale de Bizerte en Juin 1984

**Thèmes de recherche et compétences scientifiques actuelles (Research background**)

Synthèse organique- Catalyse par transfert de phase- Sonochimie- Catalyse hétérogène - Organométalliques Chimie verte-Catalyse de couplage croisé C–C, -Synthèse de molécules bioactives à partir des huiles, Sciences de l'environnement

**Thématiques en développement pour 2014-2018 (Research interests)**

- Application de la chimie verte en synthèse organique ; Etude des effets de cations, de sels en synthèse organique et synthèse de nouveaux ligands ferrocéniques multidentes (P ,N
- Valorisation et recherche de nouvelles molécules présentes dans les sous produits des huileries d'olives.
- Synthèse de dihydropyrimidinones par catalyse à transfert de phase et par les ultrasons.
- Etude de l'activation sonochimique de la réaction d'arylation en présence des métaux de transition.
- Synthèse et caractérisation de nouveaux thiophènes
- Elimination du phénanthrène des effluents hydriques par adsorption sur des matériaux solides

**Bibliométrie (Citation metrics)** 65 publications dont 52 internationales, 3 chapitres d'ouvrage et 6 conférences invitées ,72 communications orales et par affiche.

# La Chimie Verte : Approches et Illustrations

Pr. Ridha Ben Salem

*Faculté des Sciences de Sfax*
Ridha.bensalem@voila.fr

Depuis la deuxième guerre mondiale, l'industrie chimique s'est considérablement développée. La majorité des produits que nous consommons ou utilisons couramment ont au moins à une étape de leur synthèse ou fabrication une relation directe avec l'industrie chimique. Il s'avère ainsi que la chimie fait actuellement partie de notre vie quotidienne.
Cependant, l'image de la chimie auprès du large public s'est progressivement dégradée au rythme de catastrophes aux conséquences humaines ou écologiques lourdes.
Afin de limiter et prévenir la pollution liée surtout aux industries chimiques le concept de chimie verte a été développé aux Etats Unis au début des années 19901 afin d'offrir un cadre judicieux permettant de mieux préserver l'environnement. En 1991, l'agence américaine pour la protection de l'environnement 1définit la chimie verte comme étant une discipline qui a pour but de concevoir des produits et des procédés chimiques capables de réduire ou d'éliminer l'utilisation et la synthèse de substances dangereuses. Les deux chimistes américains Anastas et Warner [1], ont contribué à faire développer ce concept de nouvelle chimie. Ainsi, il a été avancé douze principes illustrant la chimie verte.
Plusieurs programmes de recherche sont aujourd'hui menés visant à incorporer le maximum possible de ces 12 principes lors de la mise en œuvre d'une synthèse ou d'un procédé chimique surtout à l'échelle industrielle. Plusieurs laboratoires et instituts se sont spécialisés dans la chimie verte. L'objectif primordial de ces recherches réside dans le développement, la diffusion de ses procédés et surtout leur incorporation en recherche académique et industrielle.
En une vingtaine d'années environ, la chimie verte a connu un développement spectaculaire et considérable à l'échelle mondiale dans la majorité des domaines de recherche se rapportant à la chimie. Nous nous proposons dans cette conférence de mettre en relief quelques exemples illustrant le concept de la chimie verte. Dans ses autres applications, la chimie verte touche divers domaines dont nous nous proposons de donner quelques exemples de réactions catalytiques économes en atomes [2], catalyse, réactifs verts, biocarburants, synthèses sur supports solides minéraux en milieu sec et d'autres.
En effet, tout le monde se rend compte que les réserves de carbone fossile (pétrole, gaz, …) s'épuisent avec le temps et la production de gaz à effets de serre ($CO_2$ principalement) s'intensifie davantage .La chimie verte est une approche [3] relativement nouvelle des problèmes posés surtout par les industries chimiques. Les industriels déploient des efforts considérables pour minimiser les dangers liés aux substances toxiques utilisées dans les procédés de fabrication. Ainsi, ils optent à des contrôles à tous les stades des procédés : manutention, utilisation, traitement et élimination ou recyclage. La chimie verte répond aux exigences attendues en proposant des procédés bien développés [4] mais également présentant un grand avantage économique par rapport aux procédés classiquement adoptés.

**Références:**

[1] Anastas,P.T. ;Wamer,J.C.,Green chemistry theory and practice,Oxford ,135p, (**1998**).
[2] Lancaster,M. , Green chemistry, an intrductory text, Camridge, Royal Society of Chemistry ,310p.(**2002**)
[3] Green Chemistry Network : revue internationale dédiée à la recherche en chimie verte publiée par le Royal Society of Chemistry (Royaume Uni). (**2000**)
[4] Bram G.Loupy A.,Preparative Chemistry using Supported Reagents, Academic Press, San Diego, Chapter 20,387p, (**1993**).

# Amor Haddad

*Nom* : HADDAD
*Prénom* : Amor
*Né le* : 18 - 12 - 1955 à Mahdia
*Tel* : (216) 98 277 708
*E-mail* : amor.haddad@yahoo.fr
*Adresse* : Institut Supérieur des Sciences Appliquées et Technologie de Mahdia
Avenue El Mourouj
5111 Hiboun - Mahdia

**Cursus Universitaire :**

| | |
|---|---|
| Juin 1979 : | Maîtrise de Chimie |
| Mars 1981 : | DEA de Chimie Minérale |
| Novembre 1987 : | Doctorat de Spécialité |
| Janvier 1997 : | Doctorat es-Sciences |

**Parcours Professionnel :**

| | |
|---|---|
| Octobre 1979 : | Assistant Délégué à la Faculté des Sciences de Tunis |
| Mars 1981 : | Assistant à la Faculté des Sciences de Tunis |
| Décembre 1989 : | Maître Assistant à la Faculté des Sciences de Tunis |
| Septembre 1990 | Maître Assistant à la Faculté des Sciences de Monastir |
| Novembre 1997 : | Maître de Conférences à la Faculté des Sciences de Monastir |
| Octobre 2002 : | Professeur à la Faculté des Sciences de Monastir<br>Professeur à l'Institut Supérieur des Sciences Appliquées et Technologie de Mahdia |

**Expérience Administrative:**

| | |
|---|---|
| 2002 - 2005 | Directeur du Département de Chimie, F. Sc. Monastir |
| 2006 - 2011 | Directeur de l'Institut Supérieur des Etudes Technologiques de Mahdia |

**Activités de Recherche :**

Dirige à la Faculté des Sciences de Monastir une équipe de recherche associée au Laboratoire des Matériaux et Cristallochimie de la Faculté des Sciences de Tunis (LR01ES11).

**Thèmes de Recherche :**

Cristallochimie et propriétés physico-chimiques des sels des hétéropolyanions
Cristallochimie et propriétés physico-chimiques des Polyoxométallates
Matériaux minéraux et hybrides

**Production Scientifique :**

Thèses encadrées : 7
Mastères encadrés : 11 (ancien régime)
8 (nouveau régime LMD)
Publications : 40
Conférences : 2

# La liaison chimique dans tous ses états

Amor HADDAD

*Institut Supérieur des Sciences Appliquées et Technologie de Mahdia*
*Avenue El Mourouj - 5111 Hiboun - Mahdia*
*Laboratoire des Matériaux et Cristallochimie*
*Faculté des Sciences de Tunis*
*Campus Universitaire - 2092 El Manar - Tunis*

Le concept de liaison chimique est-il bien vu et assimilé par tous les chimistes, notamment les jeunes ?

On parle de liaison covalente, ionique, métallique, forte faible, de faible énergie, intramoléculaire, intermoléculaire ... mais au fait, en quoi sont elles différentes ?

Les différents types de liaisons diffèrent souvent, à part leur mode de formation, par leurs énergies. Mais que représente l'énergie d'une liaison ?

Est-ce celle qui se dégage au cours de sa formation, ou bien celle nécessaire pour sa rupture ?

Pourquoi les liaisons s et p sont elles géométriquement et énergétiquement différentes et quelles sont leurs principales caractéristiques ?

En quoi la notion d'hybridation est-elle utile et est-elle responsable de la géométrie d'un système polyatomique ?

Une série de questions dont les réponses à première vue évidentes, sont souvent sujettes à des discussions entre les collègues faisant apparaître des avis différents et contradictoires.

Une tentative d'une simple clarification de ces concepts, conformément aux recommandations de l'IUPAC, dans les limites des programmes du premier cycle universitaire est envisagée dans cette présentation.

Le but est de les simplifier et de les présenter d'une manière qui éviterait les contre-sens et les contradictions.

Cet exposé est destiné surtout aux jeunes chercheurs, futurs enseignants, appelés à partir du bon pied dans leur carrière.

La réaction probable des moins jeunes est prévisible et c'est en quelque sorte l'un des objectifs de cette conférence.

# Jean Marc Greneche

Jean-Marc Greneche joined CNRS in 1983 and got his PhD at Le Mans (1987); he is now CNRS Research Director; he was Humboldt fellow at the Kernforschungzentrum Karlsruhe (1988) and guest Professor at Santiago de Compostela (Spain) and at Universidade Federal De Rio de Janeiro (Brazil).

He was Director of Laboratoire de Physique de l'Etat Condensé (LPEC UMR CNRS 6087) from 2008 up to 2011 and presently of the Institute of Molecules and Materials at Le Mans (IMMM, UMR CNRS 6283). In addition, after being Secretary of the International Board on Applications of Mössbauer Effect (2001–2007), he is Vice Chairman of the International Board on Applications of Mössbauer Effect since 2007. He is a member of the Editorial Board of Hyperfine Interactions, Editor of Journal of Alloys and Compounds and of Nanomagnetism. He is co-authored of ca. 440 papers and 10 chapter books, presented ca. 105 invited seminars/plenary lectures.

His current research topics are mainly concerned by magnetic nanoparticles and nanostructures, nanostructured materials and mesoporous structures, with a special emphasis on surfaces, interfaces and grain boundaries, but also magnetic intermetallics, mineral chemistry with metal organic frameworks, crystalline and glassy systems, physical biogeochemistry and earth sciences. In addition, his strategy was the establishment of numerous national and international collaborations (Algeria, Argentina, Brazil, Colombia, India, Italy, Mexico, Poland, Slovak Republic, and Spain) with chemists and solid state physicists as experts in synthesis and computer modeling, respectively. The present studies of materials have required first collaborative efforts and mutual discussions with chemists, materials scientists and physicists, and then great attention for describing jointly the Mössbauer spectra and other experimental data: such an approach should allow thus to establish structural and magnetic physical models and finally to propose numerical modeling techniques based on *ab initio* or phenomenological calculations.

# Mössbauer spectrometry: A powerful tool to investigate the local order in materials

J. M. GRENECHE

*University of Maine, Institute for Molecules and Materials of Le Mans, UMR CNRS 6283, 72085 Le Mans Cedex, France*

After a review of the physical nature of the hyperfine interactions observed using Mössbauer effect, we show how this local probe, non-destructive and non-invasive technique provides relevant information to the modeling of structural and magnetic materials.

Thus, we will illustrate how Mössbauer spectrometry contributes to investigate crystalline materials (fluorides, oxides or metallic alloys), mesoporous and nanostructured materials, insulators or even superconductors and disordered and amorphous semiconductor materials. These examples should demonstrate that the hyperfine characterization of "nuclei probes" can refine the structures derived from crystal-diffraction techniques from experimental studies depending on the temperature. Moreover, the combined interpretation of Mössbauer spectra obtained out and in presence of external magnetic field allows to refine the magnetic behavior in addition to conventional magnetic measurements and to better understand the dynamic aspects in the case of nanoparticles or complex nanoarchitectures.

# Oral Communications' List

**(alphabetically authors' name)**

| Name | Ref |
|---|---|
| **J. Abdelhak**, A. Naouar, B. Essghaier, N. Sadfi-Zouaoui, M.F. Zid<br>*FST - Tunis*<br>Synthèse, étude structurale et caractérisation du composé: $(C_5H_6ClN_2)[Fe(ox)_2(H_2O)_2].2H_2O$ | **OC30B** |
| **I. Abdelhedi**, H. Ben Romdhane, E. Drockenmuller<br>*FST - Tunis*<br>Soft lithography of functional poly(ionic liquid)s | **OC18C** |
| **I. Abid**, C. Gaulon-Nourry, P. Gosselin, G. Dujardin, S. Abid<br>*FSS - Sfax*<br>Fluoride-induced aldol addition of α-triethylsilyl-α-diazoacetone | **OC06A** |
| **N. Abid**, H. Turki-Guermazi, S. Abid, S. Fery-Forgues<br>*FSS - Sfax*<br>Etude des proprietes photophysiques d'une série de N-éthoxycarbonyl iminocoumarines et élaboration de microfibres | **OC44A** |
| **F. Ajala**, H. Lachheb, A. Houas<br>*FSS - Sfax*<br>Preparation and characterization of mixed oxide for heterogeneous photocatalysis | **OC17B** |
| **F. Aloui**, B. Ben Hassine<br>*FSM - Monastir*<br>New helically chiral metallated complexes | **OC15A** |
| **L. Aloui**, S. Zouari, J. Guillard, C. Geffroy, M. Kossentini<br>*FSS - Sfax*<br>Phytochemical investigation, isolation and characterization of coumarins from aerial parts and roots of tunisian *Pituranthos chloranthus (Apiaceae)* | **OC16C** |
| **M. Aloui**, S. Ghorbel, M.G. Alvarez, A.M. Segarra, M. Saïd Zina, F. Medina<br>*FST - Tunis*<br>Etude physico-chimique des composés de type hydrotalcite et application catalytique | **OC26B** |
| **Z. Amara**, M. Poliakoff, M. W. George<br>*University of Nottingham - England*<br>Pharmaceutical synthesis in the pipeline | **OC01A** |
| **C. Annabi**, F. Fourcade, I. Soutrel, A. Amrane, N. Bellakhal<br>*INSAT - Tunis*<br>Biodegradability improvement of Enoxacin solutions by Electro-Fenton process: Investigation of the optimal degradation | **OC42C** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **H. Aouadi**, K. Antar, I. Khattech<br>*FST - Tunis*<br>Contribution à l'étude thermochimique et cinétique de l'attaque sulfurique d'une fluorapatite | **OC43B** |
| **K. Aouadi**, M. Msaddek, J.P. Praly<br>*FSM - Monastir*<br>Une nouvelle voie combinée cycloaddition/cyclisation vers des acides aminés cycliques chiraux dérivés de pyrrolidine | **OC19A** |
| **S. Ayed**, Y. Hannachi, A. Ghorbel, T. Boubaker<br>*FSM - Monastir*<br>Etude cinétique du processus de biosorption du Co(II) par les coquilles d'amande | **OC47B** |
| **Z. Baccari**, T. Barhoumi-Slimi, M.A.K. Sanhoury, M.T. Ben Dhia<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis of new α-aminophosphonates based on Kabachnik-Fields reaction | **OC28A** |
| **L. Bahri**, T. Barhoumi-Slimi, M.A.K. Sanhoury, M.T. Ben Dhia<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis, characterization and coordination chemistry of allylic phosphates | **OC27A** |
| **O. Bechambi**, W. Najjara, Sami Sayadi<br>*FST - Tunis*<br>Effet du dopage par le cérium sur les propriétés texturale, structurale, optiques et photocatalytique de l'oxyde de zinc | **OC49C** |
| **A. Beladhria**, K. Yuan, H. Ben Ammar, J.F. Soulé, R. Ben Salem, H. Doucet<br>*FSS - Sfax*<br>Arylations directes de furanes par différents chlorures de benzènesulfonyle en présence de catalyseurs du palladium | **OC02A** |
| **E. Belarbi**, H. Maghraoui-Meherzi<br>*FST - Tunis*<br>Elaboration de couches minces de sulfure d'argent par électrodéposition | **OC24B** |
| **R. Belhassen**, S. Boufi, P. Mutjé<br>*FSS - Sfax*<br>Natural fiber-reinforced thermoplastic starch composites obtained by melt processing | **OC25C** |
| **O. Ben Ahmed**, M.T. Ben Dhia, T. Barhoumi-Slimi<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis and characterization of Schiff base derivatives | **OC26A** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **N. Ben Ammar**, N.E. Ben Ammar, T. Saied, A.H. Hamzaoui<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Etude cinétique de la rétention du CU (II) sur un polymère synthétisé à base de PEG/PVP et AGAR | **OC30C** |
| **K. Ben Ayed**, A. Martel, M. Laurent, G. Dujardin, J.F. Poisson, S. Py, H. Ammar, S. Abid<br>*FSS - Sfax*<br>Synthesis of amino acid derivatives via enantio and diastereoselective 1,3-DIPOLAR Cycloaddition | **OC07A** |
| **C. Ben Azzeddine**, N. Camus, H. Bernard, N. Le Bris, R. Tripier, N. Raouafi, K. Boujlel<br>*FST - Tunis*<br>Synthèse de ligands *C*- et *N*-fonctionnalises du cyclam | **OC37A** |
| **M. Ben Braiek**, F. Aloui, M. Tounsi, S. Moussa, B. Ben Hassine<br>*FSM - Monastir*<br>Synthèse et étude des propriétés optoélectroniques de nouveaux matériaux pi-conjugués à structure hélicoïdale | **OC38A** |
| **M. Ben Gara**, W. Kamoun, S. Salhi, C. Delaite, S. Abid, R. El Gharbi<br>*FSS - Sfax*<br>Recyclage chimique du PET : Synthèse de copolyesters aliphatiques-aromatiques à partir du PET déchets et le lactide | **OC20C** |
| **L. Ben Saad**, F. Boujelbane<br>*IPEIT - Tunis*<br>Étude de la séparation des fluoroquinolones par HPLC: Application à l'étude de leur dégradation par rayonnement Gamma | **OC48C** |
| **I. Ben Said**, K. Sadouki, S. Fessi, L. Smiri, Z. Ksibi, A. Ghorbel<br>*FSB - Bizerte*<br>Effets de pourcentage de Zirconium sur les catalyseurs $Pd/(Ce_xZr_{(1-x)}O_2)$ conçus pour la combustion du méthane | **OC15B** |
| **N. Ben Salah**, C. Sanglar, S. Chenavas, A. Fildier, H. Casabianca, A. Bulete, E. Vulliet, N. Bouzouita<br>*FSM - Monastir*<br>Isolement et élucidation structurale de flavonoides antioxydants de la plante *Diplotaxis virgata* | **OC02C** |
| **S. Ben Salah**, T. Boubaker, R. Goumont<br>*FSM - Monastir*<br>Corrélation non linéaire de Mayr et quantification de l'électrophilie du 4-nitrobenzothiazole N-méthylé | **OC47A** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **H. Benmoussa**, A. Farhat, J. Bouajila, M. Romdhane<br>*ENIG - Gabès*<br>Comparison of essential oils of Anisum seed obtained by different microwave extraction methods | **OC07C** |
| **S. Blili**, A. Haj Said<br>*FSM - Monastir*<br>Synthèse et étude électrochimiques d'un nouveau oligomère redox (Fc-OMPA) | **OC49A** |
| **K. Bokri**, M.L. Efrit, A. Ben Akacha<br>*FST - Tunis*<br>Synthèse de composés hétérocycliques à partir des arylacétonitriles | **OC11A** |
| **S. Bouacida**, N. Bouzouita<br>*ESIAT - Tunis*<br>Etude de l'effet de la température sur la composition phénolique et l'activité antioxydante de l'extrait éthanolique des feuilles de *Eruca vesicaria Longirostris* | **OC01C** |
| **I. Bouaoun**, H. Hammi, A. M'nif<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Préparation d'un nouveau ciment phospho-silico-magnésien | **OC10B** |
| **A. Bouattour**, M. Fakhfakh, S. Abid, H. Ammar<br>*FSS - Sfax*<br>Synthèse et caractérisation de nouveaux 3-(1H-tétrazol-5-YL)iminocoumarines | **OC08A** |
| **A. Bouaziz**, V. Massardier, M. Jaziri<br>*ENIS - Sfax*<br>Structure and properties of polylactic acid/modified Polyethylene materials | **OC21C** |
| **M. Boubaker**, C. Ben Marzouk, A.F. Omri, N. Bouzouita<br>*ESIAT - Tunis*<br>Increasing the health benefits of bread: Assessment of physical and sensory qualities of bread formulated using artichoke stem powder | **OC03C** |
| **A. Boubakri**, A. Hafiane, S. Bouguecha<br>*CERTE - Borj Cédria*<br>Effect of operational parameters on Boron removal by membrane distillation | **OC47C** |
| **A. Boughalmi**, H. Hammi; A. M'nif<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Mise au point d'une méthode d'analyse du strontium dans les saumures naturelles | **OC46C** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **M. Boukari**, A. Kriaa, A. Hedhli<br>*ENSIT - ESSTT - Montfleury*<br>Synthesis and Characterization of New Nonionic Tricatenary Surfactants | **OC25A** |
| **J. Brahmi**, K. Aouadi, S. Vidal, M. Msaddek<br>*FSM - Monastir*<br>Synthèse énantiopurs de nouveaux acides aminés polyfonctionnels non naturels | **OC20A** |
| **K. Brahmi**, W. Bouguerra, K. Moussaoui, B. Hamrouni, L. Aloui, M. Loungou<br>*FST - Tunis*<br>High-rate mercury removal from synthetic and triple superphosphate and acid industrial wastewater by electrocoagulation | **OC43C** |
| **A. Chaker**, F. Zribi, F. Nepveu, F. Chabchoub<br>*FSS - Sfax*<br>Irradiations aux micro-ondes: Synthèse de nouveaux benzochromenopyrimidinones | **OC31A** |
| **M. Chaker**, T. Turki, K. Horchani-Naifer, M. Ferid<br>*FSM - Monastir*<br>Synthesis and structural study of the diphosphate $KErP_2O_7$ | **OC07B** |
| **M. Chaouch**, J. Hafsa, H. Majdoub<br>*FSM - Monastir*<br>Influence du pH de l'extraction sur l'activité antioxydante et antiglycation des polysaccharides issus des raquettes d'*Opuntia ficus - Indica* | **OC11C** |
| **S. Chemingui**, M. Ferhi, K. Horchani-Naifer, M. Férid<br>*FST - Tunis*<br>Spectroscopic properties of $Dy^{3+}$ in the polyphosphate $KLa_{(1-x)}Dy_x(PO_3)_4$ | **OC06B** |
| **A. Cherif**, M. Khitouni<br>*FSS - Sfax*<br>Effect of pressure on microstructure of recycled aluminum alloy prepared by squeeze casting | **OC25B** |
| **O. Cherif**, F. Allouche, F. Chabchoub, J.L. Marco-Contelles<br>*FSS - Sfax*<br>Synthèse et évaluation pharmacologique de nouveaux isoxazolotacrines | **OC30A** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **H. Chihi**, I. Khattech<br>*FST - Tunis*<br>Détermination de grandeurs thermochimiques de fluorapatites carbonatées calco-magnésiennes | **OC42B** |
| **I. Chniti**, M.A.K Sanhoury, D. Merlet, I. Chehidi<br>*FST - Tunis*<br>Reactivity of *O*-perfluoroalkyl thiocarbamates: Synthesis of new *S*-alkylated imines and bis(thiocarbamato)mercury(II) complexes | **OC04A** |
| **K. Chouaib**, H. Ben Jannet, M.A. Hamza<br>*FSM - Monastir*<br>Access to Maslinic acid-isoxazolyl and triazolyl derivatives via the 1,3-dipolar cycloaddition Cu(I) (CuAAC) and Ru(II) catalyzed under microwave conditions | **OC05A** |
| **M. Dallel**, M. Hichri, H. Hamda, A.A. Al-Arfaj, N.O. Alzamil, N. Ouerfelli<br>*FST - Tunis*<br>Etude de l'effet de la température d'Arrhenius sur la viscosité des solvants purs et mixtes | **OC31C** |
| **L. Dammak**, M. Kammoun, H. Ammar, S. Abid, R. El Gharbi<br>*FSS - Sfax*<br>Synthèse de nouveaux composes polycycliques issus des 2-amino chromènes | **OC09A** |
| **S. Dbira**, N. Bensalah, A. Bedoui<br>*FSG - Gabès*<br>Investigations on the degradation of triazine herbicides in water by Photo-Fenton process | **OC48A** |
| **M. Dhahri**, N. Frini-Srasra<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Synthèse et caractérisation des catalyseurs à base d'argiles pontées et imprégnées au manganèse: Application dans l'oxydation de CO | **OC29B** |
| **H. Douahem**, H. Hammi, A.H. Hamzaoui, A. M'Nif<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Modeling and optimization of gypsum transformation into calcium fluoride using experimental design methodology | **OC09B** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **W. Dridi**, J. Toutain, A. Sommier, M. Gargouri, W. Essafi, F. Leal Calderon, M. Cansell<br>*INRAP - Sidi Thabet*<br>Analyse des composés primaires d'oxydation des huiles végétales à l'aide d'une technique innovante basée sur la microcalorimétrie | **OC33C** |
| **R. Driouich Chaouachi**, M. Ben Taleb, S. Zouaoui, A. Cherif<br>*ISBST - Tunis*<br>On-line high-precision stable total phenols analysis oxidised by Folin Ciocalteu | **OC50A** |
| **M. El Ati-Hellal**, F. Hellal, A. Hedhili<br>*IPEST - La Marsa*<br>Optimisation et validation de l'analyse du sélénium dans le plasma par spectrométrie d'absorption atomique | **OC45C** |
| **B. El Mabrouk**, M. Benzina<br>*FSS - Sfax*<br>Synthesis and Characterisation of Activated Carbon from Biomass Pine Cone and Its Application in the Removal of Congo Red Dye from Aqueous Solution by Adsorption | **OC33B** |
| **K. Elfehri Borchani**, M. Jaziri, Christian Carrot<br>*ENIS - Sfax*<br>Elaboration et caractérisation d'un biocomposite à base de fibres d'alfa traitées et non traitées | **OC22C** |
| **S. Elgharbi**, K. Horchani-Naifer, M. Ferid<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Etude de la conductivité électrique de phosphate calciné | **OC05B** |
| **H. Elleuch**, M.A.K. Sanhoury, F. Rezgui<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis, characterization and solution behavior of new tin tetrachloride complexes with allylic phosphonates of Baylis Hillman adducts-type | **OC39A** |
| **N. Etteyeb**, M. Trimeche, M. Romdhane<br>*ISBAM - Médenine*<br>Activité anti-corrosive des extraits de quelques plantes du Sud Tunisien contre la corrosion de l'acier en milieu alcalin | **OC49B** |
| **M. Fadhli**, Ilyes Khedher et Zouhaier Ksibi<br>*FST - Tunis*<br>Immobilisation des catalyseurs de Jacobsen à base de manganèse sur une argile de type laponite et leur application dans l'oxydation asymétrique de méthyl phényl sulfure | **OC14B** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **A. Farjallah**, L. Benmaktouf Graja, S. Abid, H. Ammar<br>*FSS - Sfax*<br>Nouvelle méthode de synthèse de 3-(oxadiazolyl)coumarines | **OC10A** |
| **I. Filali**, J. Bouajila, H. Ben Jannet<br>*FSM - Monastir*<br>Synthesis and pharmacological evaluation of new harmine derivatives | **OC33A** |
| **I. Fitouri**, C. Falah, H. Boughzala<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis and Crystalline Structure of a new compound $Cs_7Fe_7O_2(AsO_4)_8$ | **OC20B** |
| **S. Ghannay**, K. Aouadi, M. Msaddek<br>*FSM - Monastir*<br>Synthèse des β-aminoalcools énantiopurs par cycloaddition 1,3-dipolaire d'une nitrone chirale cyclique sur divers alcènes | **OC21A** |
| **S. Gharbi**, B. Jamoussi<br>*IPEST - La Marsa*<br>Determination of aluminium with 8-hydroxyquinoline in the hemodialysis waters by liquid chromatography of reversed phase polarity | **OC46A** |
| **F. Ghariani**, R. Fezei, A.H. Hamzaoui, A. M'nif<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Synthèse et caractérisation d'oxyde mixte à base de magnésium et de silicium | **OC08B** |
| **A. Ghazouani**, S. Boughammoura, J. M'halla<br>*FSM - Monastir*<br>Importance of the dielectric friction effect on polyelectrolytes MPSS at high dilute solutions | **OC50C** |
| **N. Ghazouani**, M. Abderrabba, J. Bouajila<br>*IPEST - La Marsa*<br>*In vitro* evaluation of anti-alzheimer, anti-inflammatory and anti-cancer activities of aerial parts from *Teucrium ramosissimum* (Lamiaceae) | **OC51C** |
| **D. Ghdira**, J. Kraiem, F. Farhat, M. Kallel<br>*FSM - Monastir*<br>Synthèse verte d'oxaziridines, à partir des imines correspondantes | **OC13A** |
| **H. Ghodbane**, M. Bagane, M. Romdhane<br>*ENIG - Gabès*<br>Effet de séchage d'*Eucalyptus camaldulensis* sur le rendement et la qualité des huiles essentielles | **OC08C** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **F. Ghoudi**, H. Ammar<br>*FSG - Gabès*<br>Preparation and characterization of doped $TiO_2$ with non-conventional way for the degradation of organic pollutants in the aquatic solution | **OC37B** |
| **L. Ghribi**, P. Waffo Téguo, H. Ben Jannet<br>*FSM - Monastir*<br>Isolation and structure elucidation of polyphenolic compounds from *Ononis angustissima* | **OC12C** |
| **M. Gloulou**, D. Ghdira, J. Kraiem, M. Kallel<br>*FSM - Monastir*<br>Synthèse de ß- hydroxysulfonamides chiraux bioactifs dérivés d'acides amines | **OC14A** |
| **H. Guedidi**, I. Lakehal, J.M. Lévêque, L. Reinert, N. Bellakhal, L. Duclaux<br>*FST - Tunis*<br>Adsorption of ionic liquids onto an activated carbon fabric: Comparison with ibuprofen | **OC41C** |
| **H. Guedouar**, F. Aloui, S. Moussa, B. Ben Hassine<br>*FSM - Monastir*<br>Synthesis and characterisation of a new heptacyclic helicenes | **OC16A** |
| **F. Hajji**, A. Ghorbal, A. Ben Brahim<br>*ENIG - Gabès*<br>Extraction of cellulose from date palm kernels and preparation of soluble cellulose ether in water | **OC28C** |
| **M. Hamandi**, T. Saied, G. Berhault, Z. Ksibi, H. Kochkar<br>*FST - Tunis*<br>Enhancement of photocatalytic activity of $TiO_2$ nanotubes by polyhydroxyfullerene | **OC13B** |
| **A. Hamdi**, S. Boufi, S. Bouattour<br>*FSS - Sfax*<br>Elaboration de nanopoudres de Phtalocyanine/Chitosan-$TiO_2$ : Application à la dégradation photocatalytique des polluants | **OC16B** |
| **R. Hamdi**, M. Ben Amor, M.M. Tlili<br>*CERTE - Borj Cédria*<br>Study of $CaCO_3$ scale inhibition effect of sodium polyacrylate and sodium-tripolyphosphate | **OC34B** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **M. Hammami**, D. Jellouli Ennigrou, K. Horchani Naifer, M, Ferid<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Removal of Samarium (III) from aqueous solutions by poly(sodium 4-styrenesulfonate) assisted-ultrafiltration | **OC29C** |
| **K. Hamrouni**, T. Saied, K. Boujlel, M.L. Ben Khoud<br>*FST - Tunis*<br>Synthèse électrochimique utilisant les bases électrogénérées et activités biologiques des 2-(1, 3-dithian-2-ylidène)-2-arylacétonitrile et 2 (1, 3-dithiolan-2-ylidène)-2-arylacétonitrile | **OC36A** |
| **A. Hannachi**, N. Raouafi, A. Segura, H. Maghraoui-Meherzi<br>*FST - Tunis*<br>Preparation of manganese sulfide (MnS) thin films by chemical bath deposition: Application of the experimental design methodology | **OC23B** |
| **O. Hannafi**, Z. Ksibi, H. Kochkar<br>*FST - Tunis*<br>Design of hybrid $TiO_2$-cyanuric acid nanocomposites - Application for the photo-degradation of formic acid | **OC12B** |
| **K. Harrath**, S. Boughdiri<br>*FST - Tunis*<br>A new Model to Predict the Acidity and Reactivity for Silanol and Carbons acids | **OC39B** |
| **R. Hassani**, Y. Kacem, D. Prim, B. Ben Hassine<br>*FSM - Monastir*<br>Efficient and solvent-free synthesis of enantiopure oxazolines | **OC17A** |
| **A. Hattab**, M. Bagane<br>*ENIG - Gabès*<br>Traitement des margines par l'acidification couplée au procédé de Fenton | **OC44C** |
| **N. Hosni**, H. Maghraoui-Meherzi, M. Dachraoui<br>*FST - Tunis*<br>Elaboration et caractérisation des couches minces d'$AgSbS_2$ par CBD | **OC36B** |
| **D. Jabli**, K. Dridi, M.L. El Efrit<br>*FSB - Bizerte*<br>Synthèse d'aminopyrazoles N-phosphonatés | **OC12A** |
| **I. Jamaoui**, T. Boubaker, R. Goumont<br>*FSM - Monastir*<br>Reactivite electrophile des 4-x-7-nitrobenzofurazanes | **OC29A** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **A. Jelassi**, A. Zardi-Bergaoui, A. Ben Nejma, M. Belaiba, J. Bouajila, H. Ben Jannet<br>*FSM - Monastir*<br>Isolation and identification of cytotoxic and allelopathic secondary metabolites from the pods of *Acacia cyclops* | **OC13C** |
| **H. Jouini**, I. Mejri, C. Petitto, M. Mhamdi, G. Delahay, A. Ghorbel<br>*FST - Tunis*<br>Cu-Fe-ZSM-5 catalysts for selective catalytic reduction of NO and NOx with ammonia: Effect of the Fe+Cu/Al molar ratio on the physicochemical and catalytic properties | **OC11B** |
| **N. Kaabi**, F. Matoussi<br>*FST - Tunis*<br>Synthèse en milieu polyol de nanoparticules de dioxyde de manganèse. Propriétés électrocatalytique d'un nanocomposite à base de $MNO_2$/polymère organique | **OC40C** |
| **I. Kacem**, N. Bouzouita<br>*ESIAT - Tunis*<br>Contribution à la caractérisation biochimique et nutritionnelle de trois espèces de champignons sauvages comestibles collectées du nord ouest de la Tunisie | **OC04C** |
| **R. Kahlaoui**, S. Attia Saiess, R. Ternane, D. Ben Hassen Chehimi<br>*FSB - Bizerte*<br>Synthèse, caractérisation et étude des propriétés de conduction des sels hydratés $K_2Mg_{(1-x)}Zn_x(SO_4)_2.6H_2O$ ($0 \leq x \leq 1$) | **OC22B** |
| **N. Kallel Kchaou**, A. Garbout, M. Férid<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Preparation and characterization of samarium oxide $Sm_2O_3$ | **OC04B** |
| **S. Kammoun El Euch**, L. Ciesla, N. Bouzouita<br>*ESIAT - Tunis*<br>Polyphenols' chemical structure – Direct antioxidant activity: A new method of investigation | **OC05C** |
| **A. Karoui**, F. Allouche, F. Chabchoub<br>*FSS - Sfax*<br>Synthèse, réactivité et activités biologiques des nouveaux dérivés de pyrazolo[3, 4-*d*]pyrimidin-4-imine | **OC32A** |
| **S. Karoui**, S. Kamoun<br>*ENIS - Sfax*<br>Synthesis, structural and electrical properties of $[C_7H_{10}NO]_2$ $SnCl_6$. $2H_2O$ | **OC27B** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **S. Kefi**, D. Hellali, H. Zamali<br>*FST - Tunis*<br>Contribution à l'étude du diagramme de phases du système binaire isobare à base de nitrates de lithium et de thallium | **OC46B** |
| **L. Khalfa**, M. Bagane, S. Najjar, M.L. Cervera Sanz<br>*ENIG - Gabès*<br>Equilibrium modeling of single and binary adsorption of lead and copper onto natural and activated clay | **OC38C** |
| **L. Khedhiri**, M. Rzaigui<br>*FSB - Bizerte*<br>Synthesis and characterization of a new cyclohexaphosphate $[NH_3\text{-}(CH_2)_2\text{-}NH_2\text{-}(CH_2)_2\text{-}NH_3]_2P_6O_{18}.3H_2O$ | **OC01B** |
| **M. Khemakhem**, N. Bouzouita<br>*ESIAT - Tunis*<br>Comparative study of antioxydant activity and chemical composition of oil mill waste water from Tunisian olive varieties (Chetoui and Chemlali) | **OC06C** |
| **M. Khemakhem**, K. Lamnawar, A. Maazouz<br>*ENIS - Sfax*<br>Improvement of thermal stability, rheological and physico-chemical properties of biocomposites from poly (lactic acid) and olive solid waste | **OC24C** |
| **M. Lahimer**, J. Horriche, N. Ayed<br>*INSAT - Tunis*<br>Caractérisation par couplage GC/MS des encres d'impression des emballages alimentaires | **OC45A** |
| **W. Maatar**, S. Boufi<br>*FSS - Sfax*<br>Aérogel à base de cellulose nanofibrillée : Un support intéressant pour le piégeage des polluants métalliques | **OC26C** |
| **K. Mahmoudi**, N. Hamdi, E. Srasra<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Elaboration de charbons actifs à base de lignite, grignons d'olive et noyaux de datte : Etudes des propriétés adsorba | **OC28B** |
| **R. Mallek**, M.A.K. Sanhoury, M.T. Ben Dhia<br>*FST - Tunis*<br>Mercury(II) complexes with phosphine tellurides: Synthesis and multinuclear ($^{31}P$, $^{125}Te$ and $^{199}Hg$) NMR characterization in solution | **OC40A** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **H. Maouati**, M.A.K. Sanhoury, I. Chehidi<br>*FST - Tunis*<br>The condensation reaction between isocyanates and carboxylic diacids: Synthesis and NMR characterization of diamides | **OC03A** |
| **W. Marzouk**, N. Sakly, S. Roudesli, H. Majdoub<br>*FSM - Monastir*<br>Cellulose issue du palmier dattier tunisien: Application à la synthèse de nanoparticules d'argent (Ag°) encapsules dans la carboxyméthylcellulose (CMC) | **OC27C** |
| **M. Mattoussi**, F. Matoussi<br>*FST - Tunis*<br>Electrodes modifiées par des polymères ayant des propriétés redox | **OC39C** |
| **R. Medimagh**, A. Saadaoui, A. Fildier, S. Chatti<br>*INRAP - Sidi Thabet*<br>New biosourced platform for the synthesis and characterization of novel polymers with enhanced properties | **OC19C** |
| **A. Mejri**, O. Fliss, B. Tangour<br>*FST - Tunis*<br>Theoretical Study of phosphorus biphilic behavior | **OC41A** |
| **A. Messaâdi**, N. Dhouibi, H. Hamda, N.A. Al-Omair, N. Ouerfelli, A.H. Hamzaoui<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Contribution à une modélisation de la corrélation entre les paramètres d'Arrhenius relatifs à la viscosité pour certains solvants purs | **OC48B** |
| **K. Mkadmini Hammi**, R. Ksouri, H. Majdoub<br>*CBBC - Borj Cédria*<br>Optimization of ultrasound-assisted extraction of antioxidant compounds from Tunisian *Zizyphus lotus* fruits using response surface methodology | **OC10C** |
| **K. Mnif**, C. Gorgi, A. Toumi, M. Douib, M. Jaziri<br>*FSS - Sfax*<br>Valorisation par recyclage des rebus PU et EVA récupérés à partir des semelles de marches | **OC23C** |
| **S. Mokaddem**, H. Boughzala<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis and crystal structure of a new organic-inorganic material 2-aminoethylpiperazinium pentachlorocuprate (II) | **OC19B** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **M. Mrad**, L. Dhouibi<br>*INSAT - Tunis*<br>An assessment of the behavior of AA 2024-T3 covered with hybrid sol-gel doped with inhibitors corrosion, in chloride medium | **OC36C** |
| **S. Mrad**, M. Hichri, I. Khattech<br>*FST - Tunis*<br>Diagramme de phases liquide-vapeur du système binaire N,N-diméthylacétamide-méthanol et calcul des grandeurs d'excès | **OC44B** |
| **M. Msahel**, M. Said Zina, E. Drockenmuller, R. Medimagh<br>*INRAP - Sidi Thabet*<br>Synthesis and characterization of novel bio-based diols from isosorbide | **OC17C** |
| **D. Mtat**, R. Touati, B. Ben Hassine<br>*FSM - Monastir*<br>Synthesis of enantiopure β-amino amides *via* a practical reductive amination of the corresponding β-keto amides utilizing microwave heating | **OC18A** |
| **A. Nmiri**, E. Srasra, N. Hamdi<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Synthesis and characterization of a kaolinite Tunisian based geopolymer cement | **OC35B** |
| **W. Raissi**, W. Essafi, F. Boue<br>*INRAP - Sidi Thabet*<br>Evolution of polyelectrolytes structure with organic solvent's treatment | **OC51A** |
| **M. Rajah**, N. Moussa, A. Houas<br>*FSS - Sfax*<br>Catalytic oxidation of alkenes over tungsten and copper based catalysts | **OC35C** |
| **A. Rezgui**, Y. Hannachi, E. Guibel, T. Boubaker<br>*FSM - Monastir*<br>Etude de l'efficacité de rétention des cations Hg(II) et Cu(II) par les noyaux de dattes | **OC02B** |
| **D. Rtibi**, D. Hellali, H. Zamali<br>*FST - Tunis*<br>Contribution à l'étude du diagramme de phases du système binaire isobare ($KNO_3$+$TlNO_3$) | **OC45B** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **K. Sadouki**, H. Ben Boubaker, I. Ben Saïd, S. Fessi, Z. Ksibi, A. Ghorbel<br>*FST - Tunis*<br>Préparation de catalyseurs $Pd/Ce_xZr_{(1-x)}O_2/SiO_2$ par la méthode Sol-Gel: Effet de précurseur de zirconium | **OC34C** |
| **F. Saida**, A. Megriche, M. El Maaoui<br>*FST - Tunis*<br>Enhanced of magnetic and magnetoelectric properties of $xNi_{0.4}Cu_{0.2}Zn_{0.4}Fe_2O_4$-(1-x) $BiFeO_3$ multiferroic nanocomposites prepared by hydrothermal method | **OC18B** |
| **H. Salhi**, Z. Trabelsi, M. Hichri, M.A. Alkhaldi, A.A. Al-Zahrani, N. Ouerfelli<br>*FST - Tunis*<br>Etude de l'enthalpie libre molaire d'excès réduite de Redlich-Kister relative à l'activation de l'écoulement visqueux dans les mélanges binaires d'eau+acide isobutyrique | **OC37C** |
| **M. Sanhoury**, B. Ould Elemine, T. Barhoumi-Slimi, M.R. Khaddar, M.T. Ben Dhia<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis and characterization of new aryl phosphoramidates bearing amino acid groups | **OC22A** |
| **N. Sbei**, B. Haouas, N. Raoufi, M.L. Benkhoud, K. Boujlel<br>*FST - Tunis*<br>Synthèse électrochimique du 6- thioxo [1,3,5] triazinane- 2,4-dione | **OC23A** |
| **W. Selmi**, J. Abdelhak. M.F. Zid. A. Driss<br>*FST - Tunis*<br>Oxalate-bridged binuclear iron(III) complex of 3,5-dimethylpyrazole ligands: Synthesis, structure, spectral and electrochemical properties | **OC31B** |
| **A. Siaï**, K. Horchani-Naifer, M. Férid<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Electronic and optical properties of $LaEr_{(1-x)}Yb_xO_3$ | **OC03B** |
| **S. Sliti**, S. Ayadi, M. Arbi Khouja, D. Perrin, M. Abderrabba<br>*IPEST - La Marsa*<br>Lipid peroxidation inhibition and antiradical activities of some leaf extracts of *Eucalyptus lehmannii* | **OC15C** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **A. Souamti**, L. Zayani, J. Morales Palomino, M. Yosta Cruz, C. Pérez Vicente, D. Ben Hassen-Chehimi<br>*FSB - Bizerte*<br>Synthèse, caractérisation et étude du comportement thermique des sels doubles hydratés $K_2M(SO_4)_2.6H_2O$ (M= Mg, Co, Cu) | **OC21B** |
| **A. Soussi-Baatout**, K. Brahim, I. Khattech<br>*FST - Tunis*<br>Etude thermochimique et cinétique de l'attaque phosphorique d'un phosphate naturel tunisien | **OC41B** |
| **N. Tka**, B. Ben Hassine<br>*FSM - Monastir*<br>Synthesis of chiral α-bromo esters and exploration in one-pot cyclization reactions | **OC24A** |
| **Z. Trabelsi**, H. Salhia, M. Hichri, N.A. Al-Omair, K.Y. Alqahtani, N. Ouerfelli<br>*ISTMT - Tunis*<br>Estimation des coefficients d'activité à partir de l'enthalpie libre molaire relative à l'activation d'écoulement visqueux dans les mélanges N,N-diméthylacétamide + 2-éthoxyéthanol | **OC32C** |
| **M. Trimeche**, N. Etteyeb, M. Romdhane<br>*ISBAM - Médenine*<br>Influence géo climatique sur la composition en métabolites secondaires des feuilles d'*Eucalyptus Globulus* | **OC09C** |
| **M. Yahyaoui**, M. Abdrabba<br>*IPEST - La Marsa*<br>Study of the composition and fractionation of olive oil of different varieties | **OC14C** |
| **A. Zaatour**, S. Hbaieb, R. Kalfat<br>*INRAP - Sidi Thabet*<br>Analyse des aflatoxines par HPLC/FLD via la complexation avec des cyclodextrines modifiées | **OC42A** |
| **O. Zamouri**, K. Brahim, I. Khattech<br>*FST - Tunis*<br>Contribution à l'étude thermochimique et cinétique de l'attaque acide sulfo-phosphorique de phosphates naturels | **OC40B** |
| **Y. Zargouni**, D.J. Cott, A. Radisic, S. Deheryan, K. Alouani, P.M. Vereecken<br>*FST - Tunis*<br>Electrochemical deposition of manganese dioxide on carbon coated substrate for thin lithium-ion battery applications | **OC38B** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **R. Zarrougui**, R. Medimagh<br>*INRAP - Sidi Thabet*<br>Synthèse de nouveaux liquides ioniques : Solvants alternatifs pour la dissolution de la biomasse et l'extraction des métaux toxiques et terres rares | **OC43A** |
| **M. Zayane**, A. Romdhane, H. Ben Jannet<br>*FSM - Monastir*<br>Synthesis, spectroscopic characterization and biological activities of some new coumarin derivatives via cycloaddition reaction | **OC34A** |
| **M. Znati**, H. Ben Jannet, S. Cazaux, J. Bouajila<br>*FSM - Monastir*<br>Synthesis and anti-cancer and anti-inflammatory activities of new isoxazole and aziridine derivatives from (-)-deltoin | **OC35A** |
| **S. Zouari**, M. Kahn, M. Ellouze, F. Elhalouani<br>*FSS - Sfax*<br>Structural and magnetocaloric properties of $Pr_{0.6}La_{0.1}Ba_{0.3}Mn_{1-x}FexO_3$ manganite prepared by Sol Gel method | **OC32B** |

# Oral Communications' Abstracts

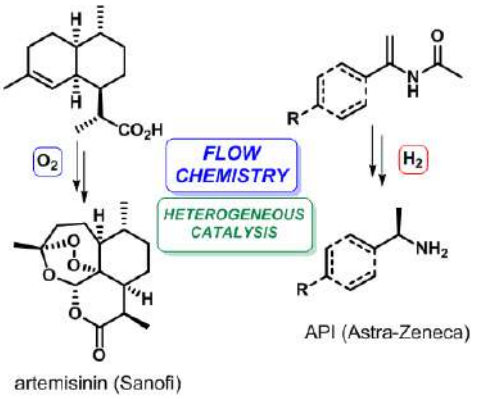
# Program of
# Sunday, December
# 21st 2014

# Pharmaceutical synthesis in the pipeline

Zacharias Amara, Martyn Poliakoff and Michael W. George

*School of Chemistry, University of Nottingham, University Park, Nottingham, NG7 2RD, UK.*
zacharias.amara@nottingham.ac.uk

Pharmaceutical companies are under constant pressure to improve the production of medicines. Reducing costs by using greener and more sustainable processes to deliver high purity end products is an ever-growing challenge. As such, new synthetic technologies are at the forefront of chemical process development.[1, 2]
Continuous flow synthesis is a relatively simple and attractive approach that is defeating the limits of traditional chemical manufacturing. This technology has been widely developed in many chemical industries but in the pharmaceutical sector, its application remains scarce.[2]
In this presentation we describe our recent results covering the development of continuous flow synthesis of two separated live pharmaceutical compounds involving either oxidation or hydrogenation. The first one consists in the photochemical one pot aqueous synthesis of artemisinin, a current antimalarial drug marketed by Sanofi.[3] The second tackles the enantioselective production in ethanol of an advanced pharmaceutical intermediate (API) at Astra Zeneca. Both are catalytic room temperature processes were the only inputs are starting materials and $O_2$ or $H_2$, and the only outputs are the products. Everything else is recycled.




1. (a) S. Mascia *et al. Angew. Chem. Int. Ed.* **2013**, *52*, 12359, (b) http://www.synflow.eu/
2. (a) M. Johnson *et al. Org. Process Res. Dev.* **2012**, *16*, 1017, (b) N. G. Anderson, *Org. Proc. Res. Dev.* **2012**, *16*, 852, (c) S. G. Newman, K. F. Jensen, *Green Chem.* **2013**, *15*, 1456, (d) D. Webb, T. F. Jamison, *Chem. Sci.* **2010**, *1*, 675.

Z. Amara, J. F. B. Bellamy, R. Horvath, S. J. Miller, A. Beeby, A. Burgard, K. Rossen, M. Poliakoff, M. W. George, **Submitted**.

# ARYLATIONS DIRECTES DE FURANES PAR DIFFERENTS CHLORURES DE BENZENESULFONYLE EN PRESENCE DE CATALYSEURS AU PALLADIUM

Anissa Beladhria,[a,b] Kedong Yuan,[a] Hamed Ben Ammar,[c] Jean-François Soulé,[a] Ridha Ben Salem,*[b] Henri Doucet*[a]

[a] *Institut des Sciences Chimiques de Rennes, UMR 6226CNRS-Université de Rennes 1" Organométalliques, Matériaux et Catalyse", Campus de Beaulieu, 35042 Rennes, France.*
[b] *Laboratoire de ChimieOrganique Physique (UR 11ES74) Université de Sfax, Faculté des Sciences de Sfax, Route de la Soukra km 4, 3038 Sfax, Tunisie.*
[c] *LaboratoiredeSynthèseAsymétrique et catalyse homogène, (UR 11ES56) Université de Monastir, Faculté des Sciences de Monastir, avenue de l'environnement,Monastir 5000, Tunisie.*

Les hétérocycles furaniques constituent un domaine important de la recherche en chimie organique en raison de leurs propriétés biologiques intéressantes. A titre d'indication, le Dantrolène est un relaxant musculaire et le Lapatinib est un médicament utilisé pour le traitement du cancer du sein (Fig. 1).

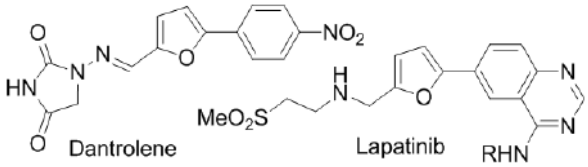



**Figure 1**

Dans ce contexte, nous nous sommes intéressés à examiner l'arylation de dérivés furaniques par des chlorures de benzénesulfonyle *via* une arylation directe par des catalyseurs au palladium.[1,2] L'utilisation de 1 équivalent de furane avec $Li_2CO_3$ comme base et 5 mol% de $PdCl_2(CH_3CN)_2$ comme catalyseur dans le dioxane, permet l'obtention des produits souhaités avec de bons rendements (Schéma 1).

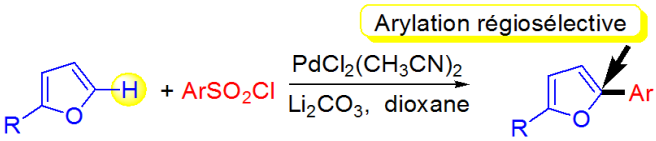



**Schéma1**

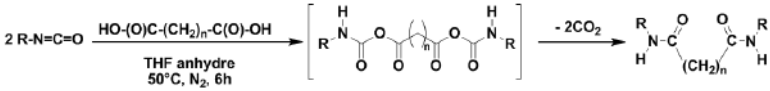
1. R. Rossi, F. Bellina, M. Lessi, C. Manzini, *Adv. Synth. Catal.***2014**, *356*, 17.
2. A. Beladhria,K.Yuan, H. Ben Ammar, J.-F.Soulé, R. Ben Salem, H. Doucet, *Synthesis*, **2014**, *sous presse*.

# THE CONDENSATION REACTION BETWEEN ISOCYANATES AND CARBOXYLIC DIACIDS: SYNTHESIS AND NMR CHARACTERIZATION OF DIAMIDES

H. Maouati[a], M.A.K. Sanhoury[a] and I. Chehidi[a]

[a]*Laboratoire de Chimie Organique Structurale, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, El ManarI, 2092, Tunis, Tunisie.*
maouatihamida@gmail.com

The amide group is one of the most important functional groups with a wide range of applications especially in pharmaceutical chemistry, agrochemicals and polymeric materials [1-4]. In addition, the amides are known to exist as mixtures of two *s-cis* and *s-trans* stereoisomers due to the N-CO partially double bond nature [5]. In a continuation of our work on the reactivity of isocyanates with binucleophiles for the preparation of corresponding dicarbamates [6], we describe herein the synthesis of a series of substituted diamides by the condensation reaction of carboxylic diacids with isocyanates presumably through dicarbamate intermediates (Scheme 1). These diamides were characterized by IR, NMR and HRMS. Interestingly, the $^{1}H$ and $^{13}C$ NMR data show that the diamides exist as a mixture of *s-cis* and *s-trans* isomers with proportions that depend considerably on the R group of the starting isocyanates.




R = Ph ; $C_6H_{11}$ ; n-Bu; Bz; n-Pr; Cl-$CH_2$-$CH_2$

n= 1, 4

**Scheme 1:** Synthesis of diamides through dicarbamate intermediates.

**Keywords**: Diamides, carboxylic diacids, isocyanates, *s-cis*/*s-trans* equilibrium, NMR.

## References

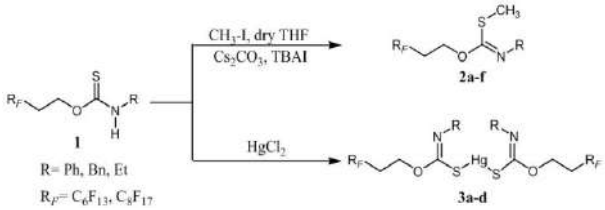
[1] T. Sreelatha, S. Kandhasamy, R. Dinesh, S. Shruthy, S. Shweta , D. Mukesh, D. Karunagaran, R. Balaji, N. Mathivanan, P. Th. Perumal, *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*, **2014**, 24, 3647.
[2] J. Ren, Y. Wang, J. Wang, J. Lin, K. Wei, R. Huang, *Steroids*, **2013**, 78, 53.
[3] Z. J. Wang, Y. Gao, Y. L. Hou, Ch. Zhang, Sh. J. Yu, Q. Bian, Z. M. Li, W. G. Zhao, *European Journal of Medicinal Chemistry*, **2014**, 86, 87.
[4] D. K. Kurhe, R. V. Jayaram, *Catalysis Communications*, **2014**, 57, 69.
[5] A. Kumar, D. Nepak, D. Srinivas, *Catalysis Communications*, **2013**, 37, 36.
[6] H. Maouati, M.A.K. Sanhoury, D. Merlet, I. Chehidi, results to be published.

# REACTIVITY OF *O*-PERFLUOROALKYL THIOCARBAMATES: SYNTHESIS OF NEW *S*-ALKYLATED IMINES AND BIS(THIOCARBAMATO)MERCURY(II) COMPLEXES

Ines Chniti[a], M.A.K Sanhoury[a], D. Merlet[b] and I. Chehidi[a]

[a]*Laboratoire de Chimie Organique Structurale: Synthèse et Etude Physicochimique, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, El ManarI, 2092, Tunis, Tunisie*
[b]*Equipe de RMN en Milieu Orienté, ICMMO – UMR 8182, Université Paris-Sud, Bâtiment 420, 91405 ORSAY Cedex.*

Thiocarbamates are known for their biological activities and are widely used as bactericides [1], pesticides [2], and herbicides [3]. This could be mainly due to their high reactivity which generally involves either an S-alkylation or an *S*-metalation. For instance, thiocarbamates were shown to have high affinity to heavy metal cations, forming stable complexes [4]. Such compounds can be used as sulfhydryl group antidotes and may have potential utility in medical or marine environmental detoxification [5]. In a previous work, we have synthesized a series of *O*-perfluoroalkyl thiocarbamates [6]. Herein, we describe their *S*-alkylation reaction with alkyl halides in the presence of cesium carbonate and tetrabutylammonium (TBAI) to give the corresponding new *S*-alkylated imines **2a-f** in high yields (see Scheme 1). In addition, the perfluoroalkyl thiocarbamates were reacted with $HgCl_2$ to give novel metal–organic compounds, bis(**O**-perfluoroalkylthiocarbamato)mercury complexes **3a-d** (Scheme 1), showing the strong affinity of these polyfluoroalkyl thiocarbamates for mercury. All the new compounds were characterized by multinuclear ($^{1}H$, $^{13}C$, $^{19}F$ and $^{199}Hg$) NMR IR and HRMS.




**Scheme 1:** Synthesis of *S*-alkylated imines **2a-f** and bis(**O**-perfluoroalkylthiocarbamato)mercury(II) complexes **3a-d**.

**Keywords:** *O*-perfluoroalkyl thiocarbamates, *S*-alkylation, mercury(II) complex.

## References

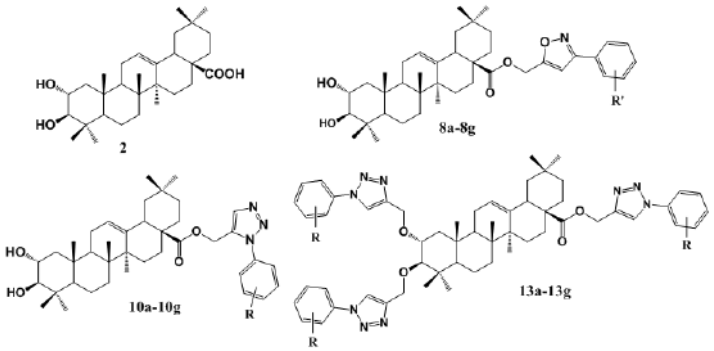
[1] A. Goel, S. J. Mazur, R. J. Fatah, T.L. Hartman, J. A. Turpin, M. Huang, W. G. Rice, E. Appella, J. K. Inman, Bioorg. Med. Chem. Lett. 12 (2002) 767-770.
[2] S. J. Lee, P. Caboni, M.Tomizawa, J. E. Casida, J. Agric. Food Chem. 52 (2004) 95-98.
[3] C. Chai, F. Ye, World Pestic. 26 (2004) 33-36.
[4] V.A. Shagun, V. I. Smimov, I. G. Schagen, S. G. Schevechenko,Yu I. Frolov, J. Struct. Chem. 47 (2006) 831-838.
[5] Q. Chen, Q. C. Microelement and Human Health ; Perking University Press: Perking, 1989.
[6] I. Chniti, M. A. K. Sanhoury, I. Chehidi , J. Fluorine Chem., 156 (2013) 101-105.

# Access to Maslinic acid-isoxazolyl and triazolyl derivatives via the 1,3-dipolar cycloaddition Cu(I) (CuAAC) and Ru(II) catalyzed under microwave conditions

Karim Chouaib*, Hichem Ben jannet and M'hamed Ali Hamza

*Laboratoire de Chimie Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivité, Equipe : Chimie Médicinale et Produits Naturels, Faculté des Sciences de Monastir, Université de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019, Monastir, Tunisie*
* karimchouaib1@hotmail.fr

The natural pentacyclic triterpenoid, maslinic acid **2** was isolated from pomace olive (*Olea europaea* L.) using an ultrasonic bath with high quantities (8.5 mg/g DW). Six series of maslinic acid-isoxazolyl **8a-g**, 1,4-triazolyl (**9a-g**, **11a-g**, **12a-g** and **13a-g**) and 1,5-triazolyl **10a-g** derivatives have been designed and synthesized by either Cu(I)-catalyzed or Ru(II)-catalyzed 1,3-dipolar cycloaddition reactions between maslinic acid-propargyl derivatives (**3**–**7**) and a panel of various aromatic azides and arylnitrile oxides under microwave conditions. Their structures were confirmed by using $^{1}$H NMR, $^{13}$C NMR, NOESY and MS analysis.




**Key words:** *Olea europaea*, maslinic acid, maslinic acid derivatives, CuAAC, Aromatic azides, arylnitrile oxides.

# FLUORIDE-INDUCED ALDOL ADDITION OF α-TRIETHYLSILYL-α-DIAZOACETONE

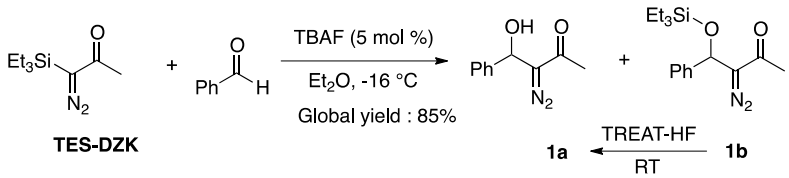
Imen Abid,[a,b] Catherine Gaulon-Nourry,[a] Pascal Gosselin,[a]
Gilles Dujardin,[a] Souhir Abid [b]

*[a)] IMMM – équipe MSO, UMR 6283, Université du Maine,*
*Avenue Olivier Messiaen 72085 Le Mans Cedex 9, France.*
*[b)] Laboratoire de Chimie Appliquée: Hétérocycles, Corps Gras et Polymères,*
*Faculté des Sciences de Sfax, 3038 Sfax, Tunisie.*

Our project aims at developing the fluoride-induced aldol addition of α-triethylsilyl-α-diazoacetone (TES-DZK).[1] The major prospect of this work will be its asymmetric extension using a chiral counter-cation, in a context where no catalytic asymmetric aldol addition of diazoketones is known.

Tetrabutylammonium fluoride (TBAF) proved the most effective source of fluoride to perform the *C*-desilylation/aldolisation sequence. Conducted with benzaldehyde, using a catalytic amount of TBAF in dry diethyl ether at -16 °C, the reaction afforded a mixture of the diazoaldol **1a** and the TES-protected aldol **1b**, easily separated by chromatography with an excellent global yield.

A clean and high-yielding *O*-desilylation of the TES-diazoaldol **1b** was required. While various acidic conditions resulted in low conversions and degradation, the mild triethylamine trishydrofluoride complex (TREAT-HF) was able to achieve the *O*-desilylation in high yield at room temperature on the crude mixture of diazoaldols **1a** and **1b**.




**Key words :** α-triethylsilyl-α-diazoacetone, aldolisation, TBAF, TREAT-HF.

**Reference :**

[1] A. Lancou, H. Haroun, U. K. Kundu, F. Legros, N. Zimmermann, M. Mathé-Allainmat, J. Lebreton, G. Dujardin, C. **Gaulon-Nourry, P.** Gosselin, *Tetrahedron* **2012**, *68*, 9652-9657.

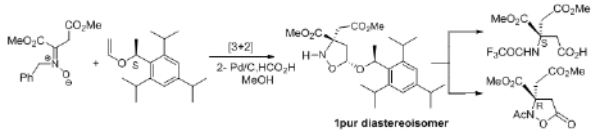
# SYNTHESIS OF AMINO ACID DERIVATIVES *VIA* ENANTIO AND DIASTEREOSELECTIVE 1,3-DIPOLAR CYCLOADDITION

Kawther Ben Ayed [a, b], Arnaud Martel [b], Mathieu Laurent [b], Gilles Dujardin [b], Jean-François Poisson [c], Sandrine Py [c], Houcine Ammar [a], Souhir Abid [a]

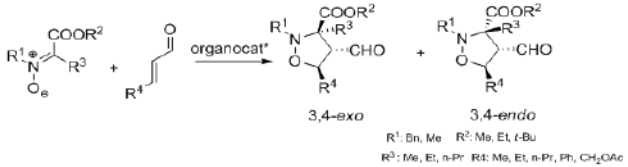
[a] *Laboratory of Applied Chemistry: Heterocycles, Fats and Polymers, University of Sfax, Faculty of Sciences, Sfax, 3000, Tunisia*
[b] *Institute for Molecules and Materials of Le Mans (IMMM), UMR CNRS 6283, University of Maine, Faculty of Science, Le Mans, France*
[c] *Department of Molecular Chemistry (DCM) UMR CNRS 5250, Université J. Fourier, Grenoble, France*

Quaternary amino acids with one or two functional chains are interesting compounds used in various fields (biological, chemical, medicinal)[1]. One of the most promising synthetic strategy for these compounds is based on the 1,3-dipolar cycloaddition between ketonitrones and electron poor or rich dipolarphiles. This type of cycloaddition allows to give isoxazolidines with one or two quaternary[2] centers, and their opening gives α,α-disubstituted [3] amino acids derivatives.

In this communication, we describe in a first part the diastereoselective 1,3-dipolar cycloaddition between an aspartic nitrone and chiral vinyl ethers.[4] Interestingly, the vinyl ether of stericol (S) leads to a pure diastereomer and can be converted into enantiopure isoxazolidinone or super-aspartic acid derivatives.




In a second part, we describe the synthesis of isoxazolidines obtained by organocatalytic enantioselective 1,3-dipolar cycloaddition between an alanine-derived nitrone and an enal as the dipolarophile.




**Keywords:** 1,3-dipolar cycloaddition, ketonitrone, dipolarophile, isoxazolidine, amino acid

## References

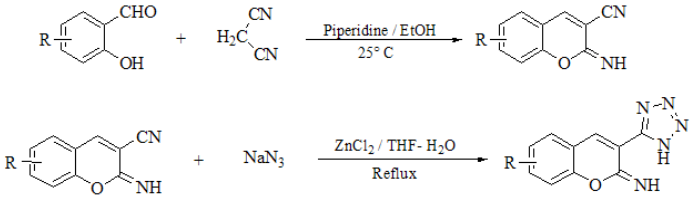
[1] Y., Ohfume; T, Shinada. *Eur. J. Org Chem*. **2005**, 5127-5143.
[2] T. B, Nguyen.; A, Martel.; R, Dhal.; G. Dujardin. Org. Lett. **2008**, 10, 4493.
[3] T. B, Nguyen.; A, Beauseigneur.; A, Martel.; R, Dhal.; M, Laurent.; G, Dujardin. *J. Org. Chem.* **2010**, *75*, 611.
[4] K, Ben Ayed.; A, Beauchard.; J.F, Poisson.; S, Py.; M, Laurent.; A, Martel.; H,Ammar.; S, Abid.; G, Dujardin. *Eur. J. Org. Chem*. **2014,** 2924-2932**.**

# SYNTHESE ET CARACTERISATION DE NOUVEAUX 3-(1H-TETRAZOL-5-YL)IMINOCOUMARINES

Ali BOUATTOUR, Mehdi FAKHFAKH, Souhir ABID, Houcine AMMAR

*Laboratoire de Chimie Appliquée: Hétérocycles, Corps Gras et Polymères, Faculté des Sciences de Sfax, Université de Sfax, Route Soukra, BP1170, 3000 Sfax, Tunisie,*

Les composés coumariniques intégrant dans leur structure le motif tétrazolique ont acquis une grande attention ces dernières années en raison de leur large spectre d'applications. La présence du cycle tétrazolique confère à ce type de composés des propriétés photophysiques et biologiques spécifiques. Nous rapportons dans la présente communication la synthèse d'une nouvelle série de 3-(1H-tétrazol-5-yl)iminocoumarines diversement substituées. Le procédé de synthèse comporte deux étapes : (i) synthèse d'une série de 3-cyano iminocoumarines par réaction de Knoevenagel, (ii) transformation de la fonction nitrile en cycle tétrazollique par action de l'azoture de sodium.




Les structures de ces deux séries de composés ont été clairement établies par différentes techniques spectroscopiques (FTIR, RMN $^{1}H$, $^{13}C$ et SM). Nous avons par la suite essayé de valoriser ces composés en étudiant leurs propriétés photophysqiues et biologiques. Les résultats obtenus montrent que :

- Les composés obtenus sont fortement fluorescents dans les solvants organiques. En particulier, la 7-hydroxy 3-(1H-tétrazol-5-yl)iminocoumarine montre une excellente efficacité de fluorescence (le rendement peut atteindre 68%) dans le DMSO contrairement à son homologue non tétrazolique qui est très peu émissif.
- Tous les composés étudiés ont manifesté une activité anticancéreuse et anti-Alzheimer remarquable.

**Key words:** Iminocoumarine, tétrazole, fluorescence.

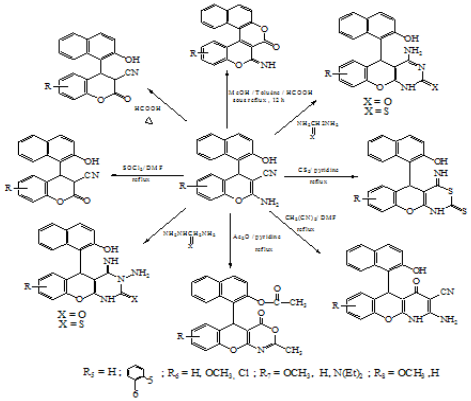
# SYNTHESE DE NOUVEAUX COMPOSES POLYCYCLIQUES ISSUS DES 2-AMINO CHROMENES

Lamia Dammak, Myriam Kammoun, Houcine Ammar,
Souhir Abid, Rachid El Gharbi

*Laboratoire de Chimie Appliquée : Hétérocycle, Corps Gras ET Polymères, Faculté des Sciences de Sfax, 3038 Sfax, Tunisie Fax: 0021674676606*

Les chromènes et leurs dérivés constituent des substrats particulièrement intéressants en synthèse hétérocyclique [1,2]. Ils sont connus principalement par leur utilisation dans le secteur pharmaceutique pour leurs diverses activités biologiques [3,4].

Nous rapportons, dans la présente communication, l'étude de la transformation de ces substrats sous l'action des divers agents électrophiles et nucléophiles dans le but d'aboutir à de nouvelles séries de composés polycycliques pouvant être utilisées dans le secteur pharmacologique.




Une analyse structurale menée par RMN$^{1}$H, RMN$^{13}$C et IRTF a permis d'élucider les structures des composés issus de ces réactions.

**[1]** N. R. Kamdar, D. D. Haveliwala, P. T. Mistry, S. K. Patel, *Medicinal Chemistry Research*, **2010**.

**[2]** F. K. Mohammed, A.Y.Soliman, A. Ssawy, M.G.Badre, *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, **2009**, *1*, 213.

**[3]** A. Rajendran, C. Karthikeyan, K. Rajathi, D. Ragupathy, American Journal of Organic Chemistry, **2012**, *2*, 9.

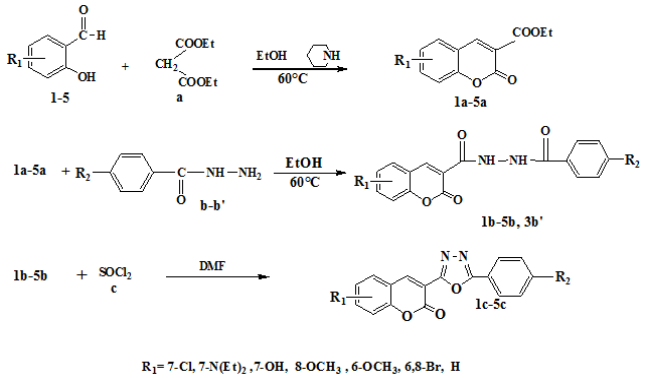
**[4]** M.Kidwai, S. Saxena, M. K. Rahman khan, S.S. Thukral, *Bioorganic and Medicinal Chemistry Letters*, **2005**,*15*, 4295.

# NOUVELLE METHODE DE SYNTHESE DE 3-(OXADIAZOLYL)COUMARINES

Asma FARJALLAH, Laila BENMAKTOUF GRAJA, Souhir ABID, Houcine AMMAR

*Laboratoire de Chimie Appliquée : Hétérocycle, Corps Gras et Polyméres, Faculté des sciences de Sfax, Université de Sfax, Route Soukra, BP1170, 3000 Sfax, Tunisie*

Les dérivés coumariniques sont connus pour leurs nombreuses applications aussi bien dans le secteur biologique que dans celui photophysique. D'autre part, les composés polycycliques, intégrant dans leur structure le motif 1,3,4-oxadiazole ont suscité un vif intérêt au cours de ces dernières années surtout en chimie médicinale pour la conception de molécules bioactives. Dans le présent travail, on se propose de décrire une nouvelle voie de synthèse de composés hétérocycliques intégrant dans leur structure à la fois le motif coumarinique et celui oxadiazolique. Pour accéder à ces produits nous avons réalisé : (i) la condensation de divers aldéhydes salicyliques (**1-5**) avec le malonate de diéthyle (**a**) par réaction de Knovenagel, (ii) la préparation des 3-diacylhydrazines coumarines (**1b-5b**, **3b'**) par action des hydrazides benzoïques (**b** et **b'**) sur les 3-carboéthoxycoumarines ainsi obtenues (**1a-5a**), (iii) la transformation de la fonction diacylhydrazide en cycle oxadiazolique par action du chlorure de thionyle (**c**).




Toutes les structures obtenues sont identifiées et caractérisées par les techniques spectroscopiques RMN$^{1}$H, RMN$^{13}$C et IRTF

**Key words:** réaction de Knovenagel,coumarine,oxadiazole, diacylhydrazide, hétérocyclisation

# SYNTHÈSE DE COMPOSÉS HÉTÉROCYCLIQUES A PARTIR DES ARYLACÉTONITRILES

Khouloud BOKRI, Mohamed Lotfi EFRIT, Azaïez BEN AKACHA

*Laboratoire de Synthèse Organique et Hétérocyclique, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis El Manar, 2092, Tunisie.*
khouloud.bokri@gmail.com ; azaiezbenakacha@yahoo.fr

Dans un travail antérieur mené dans notre laboratoire[1], nous avons décrit la réactivité des arylacétonitriles **1** vis-à-vis des isothiocyanates en vue d'accéder à des dérivés pyrazoliques **2**. Le présent travail vise à compléter et à développer ces travaux de recherches. Nous montrons dans un premier temps que l'action des imidates *N*-acylés et l'imidate *N*-éthoxycarbonylé, utilisés comme substrats de départ, sur les 3,5-diaminopyrazoles **2** permet l'accès respectivement aux pyrazolo[1,5-a]1,3,5-triazines **3** et pyrazolo[1,5-a]1,3,5-triazinones **4** (**Schéma 1**).
La deuxième partie est consacrée à la synthèse de quelques dérivés de thiazolines par addition d'arylacétonitriles sur des isothiocyanates en présence de tert-butylate de potassium. Cette réaction passe par un sel de sulfure de potassium non-isolable qui réagit *in-situ* avec des dérivés bromés pour conduire aux dérivés de thiazoline **5** et aux dérivés de thiazolidinone **6 (Schéma 1)**.
La structure des composés synthétisés a été confirmée par spectroscopie RMN $^{1}H$ et $^{13}C$.

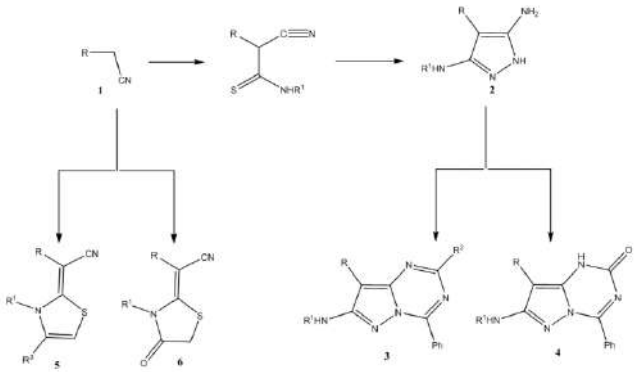


**Schéma 1**

**Mots clés** : Arylacétonitrile, isothiocyanate, 3,5-diaminopyrazole, pyrazolotriazine, pyrazolotriazinone, thiazoline, thiazolidinone.

**Références :**

[1] S. Manai, M. Boukraa, M. L. Effrit, A. Ben Akacha, *J. Soc.Chim. de Tunisie*, **2010**, *12*, 123.
[2] I. Jalloul, M. L. Efrit, A. Ben Akacha, *J. Soc.Chim. de Tunisie*, **2012**, *14*, 21.

# SYNTHESE D'AMINOPYRAZOLES N-PHOSPHONATES

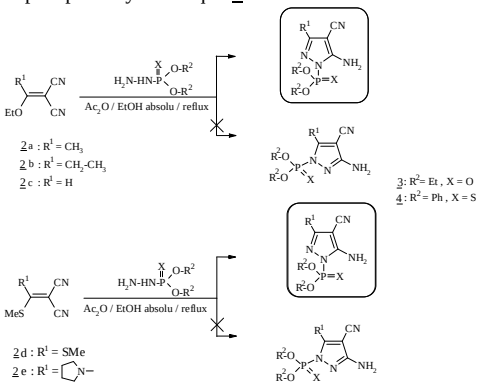
Dhiab Jabli [a, *], Khaireddine Dridi [a,b], M. Lotfi El Efrit [a]

[a] *Laboratoire de Synthèse Organique et Hétérocyclique, Département de Chimie Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis El Manar, Campus Universitaire, 2092 El Manar, Tunis, Tunisie*
[b] *Department of Chemistry, Faculty of Sciences and Arts at Al Rass, Qassim University, 53, Kingdom of Saudi Arabia*

[*]E-mail addresses: jabli.dhiab@yahoo.fr, khairydridi@yahoo.fr, medlotfiefrit@gmail.com

Le motif pyrazole est une structure hétérocyclique très importante et centrale dans de nombreux composés biologiquement actifs. On le retrouve dans de nombreux composés en tant qu'anti-inflammatoire [1], antidépresseur [2], contre le rhumatisme articulaire [3], antibactérienne [4], et anticonvulsant [5]. L'introduction du phosphore et en particulier d'un groupement phosphonate modifie considérablement les propriétés physico-chimiques mais aussi biologiques des substrats organiques [6,7]. Dans le contexte d'une telle collaboration, nous proposons dans ce chapitre de synthétiser des pyrazoles N-phosphonatés pouvant présenter une activité biologique intéressante.

La synthèse de ces pyrazoles fait intervenir les ylidenemalononitriles du type **2** comme précurseurs et les O, O-diphényl ester de l'acide thiophos-phorohydrazidique **1a** et d'ester diéthylique de l'acide phosphorohydrazidique **1b** comme réactifs.




Synthèse des pyrazoles 3 et 4

**Keywords:** phosphorohydrazidic acid diethyl ester, thiophosphorohydrazidic acid O, O-diphenyl ester, ylidenes, 5-aminopyrazole,

## References

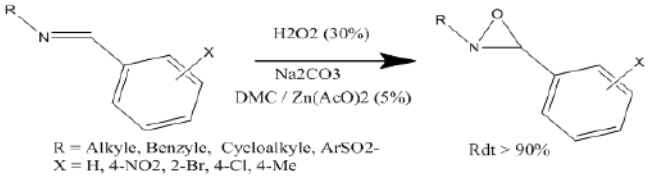
**[1]**. H. J. Roth; A. Liemann,<<*Pharmaceutical Chemestry*>>, Ed 2, **1988**, 1, 213.
**[2]**. D. M. Bailey; P. E. Hansen; A. G. Hlavac; E. R. Baizman; J. Pearl; A. F. Defelice; M. E. Feigenson, *J. Med. Chem.*, **1985**, 28, 256.
**[3]**. F. H. H. Leenen; D. L. Smith; W. P. Unger, *Br. J. Clin. PharmacoL.*, **1988**, 26, 481.
**[4]**. R. N. Mahajan; F. H. Havaldar; P. S. Fernandes, *J. Indian Chem. Soc.*, **1991**, *68*, 245.
**[5]**. F. Lepage; B. Hubiot, *Eur. Pat. Appl. EP.*, 459, 887; [*Chem. Abstr.*, **1992**, 116, 128914].
**[6]**. F. Palacios, C. Alonso, and J. M. de los Santos, *Chem. Rev.*, **2005**, 105, 899.
**[7]**. P. Kafarski and B. Lejczak, *Phosphorus Sulfur Silicon Relat. Elem.*, **1991**, 63, 193.

# SYNTHESE VERTE D'OXAZIRIDINES, A PARTR DES IMINES CORRESPONDANTES.

Ghedira Donia [a], Kraiem Jamil [a], Farhat Farhat [a], Kallel Mohamed [a]

[(a)] *Laboratoire de Développement Chimique, Galénique et Pharmacologique des Médicaments, Faculté de Pharmacie, 5000 Monastir, Tunisie.*

Dans ce travail, nous présentons une voie de synthèse innovante et respectueuse de l'environnement d'une série de *N*-alkyl et *N*-sulfonyloxaziridines à partir d'alkylimines et de sulfonylimines correspondantes. Les oxaziridines sont des hétérocycles à trois chaînons connus pour leurs applications versatiles en synthèse organique[1]. Dans la littérature, ces composés sont couramment préparés à partir d'imines par des procédés utilisant surtout les peracides organiques [1]. Peu de méthodes « vertes » sont actuellement décrites[2]. La voie de synthèse que nous proposons dans ce travail s'aligne sur les principes de la chimie verte : elle utilise le carbonate de diméthyle qui est un composé non toxique, biodégradable[3] et exploitable à la fois en tant que réactif et solvant, le $H_2O_2$ comme agent d'époxydation et l'acétate de zinc comme catalyseur, et se déroulant à la température ambiante. Les conversions des imines en oxaziridines sont totales, tel que le montre les spectres $^1$H RMN et $^{13}$C RMN.




**Key words:** Chimie verte, imines, oxaziridines, carbonate de diméthyle.

**References**

**[1].** Kraiem J, Ben Othman R, Ben Hassine B.. C.R Chimie 7 (2004) 1119.

**[2].** Bitencourt Th B, Nascimento MG. Green Chemistry 11 (2009) 209.

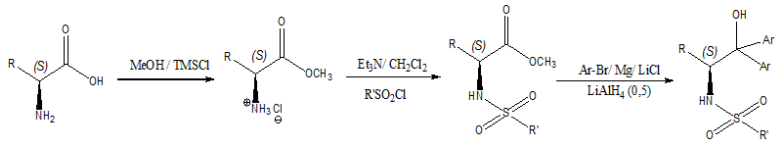
**[3].** Delledonne D, Rivetti F, Romano U. Applied Catalysis A : General 221 (2001) 241.

# SYNTHESE DE ß- HYDROXYSULFONAMIDES CHIRAUX BIOACTIFS DERIVES D'ACIDES AMINES

Gloulou M.[a] ; Ghdira D; Kraiem J.[a] et Kallel M[a]

[a] *Laboratoire de Développement chimique, galénique et pharmacologique, des médicaments, Faculté de pharmacie de Monastir, 5000, Monastir, Tunisie*

Notre travail porte sur la synthèse d'une série de *β*-hydroxysulfonamides[1] chiraux selon une séquence réactionnelle multi-étapes, la première étape consiste à la préparation des esters méthyliques par le système MeOH/TMSCl en utilisant des acides aminés optiquement purs comme substrat de départ, Dans une seconde étape, nous avons effectué la sulfonylation qui fournit des esters sulfonylés avec de bons rendements chimiques. En dernière étape, la conversion des esters N-sufonylés en β-hydroxysulfonamides a été effectuée par l'action d'un organomagnésien préparé in situ. Les rendements de cette étape sont élevés (>80%).




Une étude de structure-activité de ces β-hydroxysulfonamides a révélé que certains de ces composés sont dotés d'activités anti-inflammatoire et analgésique très prometteuses.

**Key words:** Acides amines, β-hydroxysulfanamides, anti-inflammatoires, analgésiques.

## References

[1] Krasovskiy A.; Malakhov V.; Gavryushin A.; Knochel P. *Angew. Chem. Int. Ed*. **(2006)**; *45*:6040.

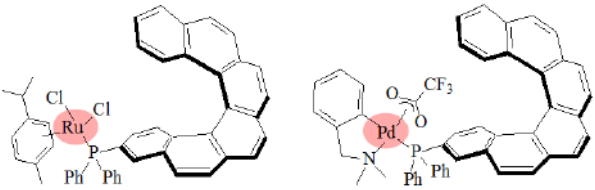
# NEW HELICALLY CHIRAL METALLATED COMPLEXES

Faouzi Aloui, Béchir Ben Hassine

*Laboratory of organic asymmetric synthesis and homogenous catalysis,*
*Department of chemistry, Faculty of Sciences-Monastir 5019-Tunisia*
e-mail: aloui.faouzi@laposte.net

Helicenes constitute a fascinating class of chiral helical molecules with *ortho*-fused aromatic rings. These helices can wind in either clockwise or counter clockwise directions. The two structures are mirror images of one another, non superimposable and consequently considered chiral. Helicene backbones have attracted significant interest owing to their properties and practical applications in photo- and opto-electronics, as well as their ability to act as potentially useful components in chiral discotic liquid-crystalline materials,[1] as building blocks for helical conjugated polymers,[2] and as rotors.[3] In particular, functionalized hexahelicenes and larger [*n*]helicenes are promising candidates for chiral catalysts and ligands in asymmetric syntheses[4] because they have a rigid helical framework and possess high optical stability.

Because of the small number of isolated transition-metal-containing helicenes, we have designed and synthesised new types of phosphorus-containing species capable of forming metallated complexes.[5] This has been done by synthesizing helically chiral phosphines which have been considered as suitable precursors for some chiral metallated complexes like **1** and **2**. The phosphorus group in the hexacyclic system was found to be an appropriate chelating agent for the introduction of transition metals into helicenes.




**1** **2**

**Keys words**: Helicenes, chirality, Heck coupling, photocyclization, complexes.

## References

[1] Nuckolls, C.; Katz, T. J.; Katz, G.; Collings, P. J.; Castellanos, L. *J. Am. Chem. Soc.* **1999**, *121*, 79-88.
[2] Fox, J. M.; Lin, D. *J. Org. Chem.* **1998**, *63*, 2031-2038.
[3] Kelly, T. R.; Silva, R. A.; De Silva, H.; Jasmin, S.; Zhao, Y. *J. Am. Chem. Soc.* **2000**, *122*, 6935-6949.
[4] (a) Dreher, S. D.; Katz, T. J.; Lam, K. C.; Rheingold, A. L. *J. Org. Chem.* **2000**, *65*, 815-822; (b) Kawasaki, T.; Suzuki, K.; Licandro, E.; Bossi, A.; Maiorana, S.; Soai, K. *Tetrahedron: Asymmetry* **2006**, *17*, 2050-2053.
[5] (a) F. Aloui, M. Jabli, B. Ben Hassine, *Synth. Commun.*, **2013**, *43*, 277-291; (b) F. Aloui, M. Jabli, B. Ben Hassine, *Synth. Commun.*, **2012**, *42*, 3620-3631; (b) F. Aloui, S. Moussa, B. Ben Hassine, *Tetrahedron Lett.*, **2011**, *52*, 572-575; F. Aloui, B. Ben Hassine, *Tetrahedron Lett.* **2009**, *50*, 4321-4323.

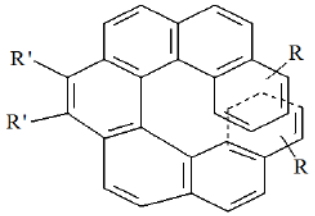
# SYNTHESIS AND CHARACTERISATION OF A NEW HEPTACYCLIC HELICENES

Habiba Guédouar, Faouzi Aloui, Souad Moussa, Béchir Ben Hassine

*Laboratoire de Synthèse Organique Asymétrique et Catalyse Homogène (01 UR 1201)*
*Faculté des Sciences de Monastir, Avenue de l'environnement, 5019 Monastir, Tunisie*
Habiba.gued@gmail.com

Helicenes are benzologs of phenanthrene in which a regular cylindrical helix is formed through an all *ortho*-annelation of aromatic rings. Their helical structure is a consequence of the repulsive steric interaction between terminal aromatic rings. They are potentially useful for asymmetric molecular recognition, as liquid crystal molecules,[1] as building blocks for helical conjugated polymers and as rotors.[2] The heptahelicene series is particularly neglected, with only a few examples of this family serving as ligands.[3]

In continuation of our works, we have designed and synthesized some helicenes like (**I**) with reactive functionnal groups at selected positions on the aromatic rings.[4]




**(I)**

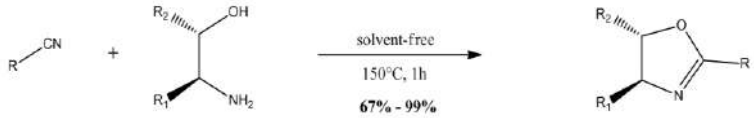
1. Nuckolls, C.; Katz, T. J. *J. Am. Chem. Soc.* **1998**, *120*, 9541–9544.
2. (a) Kelly, T. R.; Tellitu, I.; Pérez Sestelo, J. *Angew. Chem., Int. Ed.* **1997**, *36*, 1866–1868; (b) Kelly, T. R.; Silva, R. A.; De Silva, H.; Jasmin, S.; Zhao, Y. *J. Am. Chem. Soc.* **2000**, *122*, 6935–6949.
3. (a) Garcia, M. H.; Florindo, P.; Piedade, M. F. M.; Maiorana, S.; Licandro, E. *Polyhedron* **2009**, *28*, 621–629; (b) Takenaka, N.; Chen, J. S.; Captain, B.; Sarangthem, R. S.; Chandrakumar, A. *J. Am. Chem. Soc.* **2010**, *132*, 4536–4537.
4. Habiba, G.; Faouzi, A.; Souad, M.; Jérôme, M.; Béchir, B. H. *Tetrahedron Letters*, **2014**, 10.1016/j.tetlet.2014.09.013.

# EFFICIENT AND SOLVENT-FREE SYNTHESIS OF ENANTIOPURE OXAZOLINES

Rym Hassani, Yakdhane Kacem, Damien Prim and Béchir Ben Hassine

*Laboratory of Organic Synthesis, Asymmetric and Homogeneous Catalysis. Faculty of Science, 5019 Monastir, Tunisia.*
*University of Versailles Saint-Quentin-en-Yvelines, Institut Lavoisier de Versailles, UMR CNRS 8180, 45, avenue des Etats-Unis, 78035 Versailles, France.*
E-mail: bechirbenhassine@yahoo.fr

Optically active oxazoline derivatives have attracted a great deal of attention due to their high efficiency and versatility.[1,2] Therefore, various procedures have been reported in order to synthesize oxazoline derivatives.[3-5] In this communication, we will describe a rapid and efficient synthesis of oxazolines starting from various nitriles, using microwave irradiation combined to metal- and solvent-free conditions. This new procedure afforded high to quantitative yields of the targeted heterocycles.[6]




**2a-o**

1. Meyers, A. I.; Temple, D. L.; Mihelich, D. *J. Org. Chem*. ***1974***, 39, 2787.
2. Meyers, A. I. *Acc. Chem. Res*. ***1978***, 11, 375.
3. Constantine, R. N.; Kim, N.; Bunt, R. C. *Organic Lett.* ***2003,*** 5, 2279.
4. Bolm, C.; Weickhardt, K.; Zehnder, M.; Ranff. T. *Chem. Ber*. ***1991***, 124, 1173.
5. Hassani, R. ; Kacem, Y.; Ben Mansour, H.; Ben Ammar, H.; Hassine, B. B. *Chemico-Biological Interactions* ***2014,*** 217, 41–48.
6. Hassani, R. Requet, A. Marque, S. Gaucher, A. Prim, D. Kacem, Y. Ben Hassine, B. *Tetrahedron : Asymmetry*, ***2014***, 25, 1275–1279.

# SYNTHESIS OF ENANTIOPURE β-AMINO AMIDES *via* A PRATICAL REDUCTIVE AMINATION OF THE CORRESPONDING β-KETO AMIDES UTILIZING MICROWAVE HEATING

Dalila Mtat, Ridha Touati and Béchir Ben Hassine

*Laboratoire de Synthèse Organique Asymétrique et Catalyse Homogène (UR11ES56), Faculté des Sciences de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019 Monastir, Tunisie.*

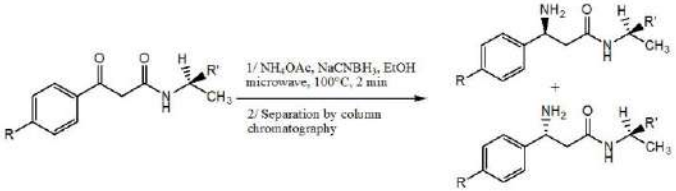
Amino- and amido-functionalized organic compounds are very common in nature. Their biological importance has led to extensive studies of their structural and physicochemical properties. In addition to their relevance in biochemistry and pharmaceutical chemistry, amines and amides are attractive building blocks in supramolecular chemistry. Depending on the pH solution, amine based ligands can act as both cation and anion chelators.

On the other hand, β-amino amide subunits are present in numerous pharmaceuticals and are often found as constituents of important building blocks of many natural products that express potent biological activity.

Furthermore, a series of β-amino amides has been prepared and evaluated as potent, selective, orally active dipeptidyl peptidase IV (DPP-4) inhibitors for the treatment of type 2 diabetes, with Januvia™ as an example.

Due to their roles in various key industries, useful synthetic approaches have been reported for the synthesis of this class of compounds.

However, no attention has been given to the stereoselective reductive amination of chiral β-keto amide derivatives. Hence, in continuation of our research aimed toward the preparation of natural and non-natural compounds of biomedical importance[1], we report herein an efficient and simple methodology for the synthesis of the novel chiral β-amino amides *via* reductive amination of β-keto amides utilizing microwave heating[2].




The process works well, is very simple and inexpensive, and easily available starting materials are used. We feel that this new strategy toward β -amino amides will be convenient for the enantioselective synthesis of many biologically interesting molecules containing primary amine functionalities. Further studies along these lines are in progress.

## References

[1] (a) Touati, R.; Ratovelomanana-Vidal, V.; Ben Hassine, B.; Genêt, J.-P. *Tetrahedron: Asymmetry* **2006**, 17, 3400–3405; (b) Mordant, C.; Canodeandrade, C.; Touati, R.; Ratovelomanana-Vidal, V.; Ben Hassine, B.; Genêt, J.-P. *Synthesis* **2003**, 2405–2409; (c) Ratovelomanana-Vidal, V.; Girard, C.; Touati, R.; Tranchier, J.; Ben Hassine, B.; Genêt, J.-P. *Adv. Synth. Catal.* **2003**, 345, 261–274; (d) Essersi, A.; Touati, R.; Ben Hassine, B. *Lett. Org. Chem.* **2010**, 7, 69–72.

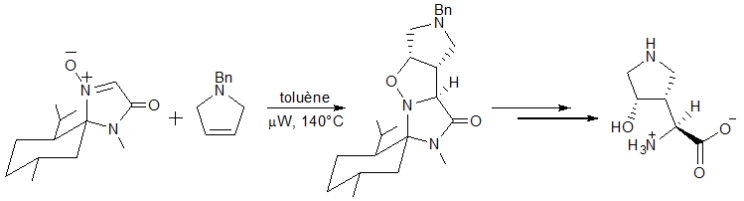
[2] Mtat, D.; Touati, R.; Ben Hassine, B. *Tetrahedron Lett.* **2014**, Article in press.

# Une nouvelle voie combinée cycloaddition/cyclisation vers des acides aminés cycliques chiraux dérivés de pyrrolidine

Kaïss Aouadi,[a,b] Moncef Msaddek,[a] Jean-Pierre Praly[b]

[a)] *Laboratoire de Synthèse Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivités, Faculté des Sciences de Monastir, Tunisie.*
[b)] *Laboratoire de Chimie Organique 2 – Glycochimie, Université de Lyon, France.*
kaiss_aouadi@yahoo.com

Les hétérocycles azotés sont souvent bioactifs, tels les iminosucres qui ont des applications comme anti-diabétiques, dues à l'inhibition des glycosidases, de la glycogène phosphorylase.[1] Les pyrrolidines de la famille de l'acide kaïnique ont retenu notre attention pour leurs activités neurologiques et l'intérêt à disposer de synthèses directes et efficaces. Dans cette communication nous exposons une nouvelle voie combinée cycloaddition/cyclisation vers des nouveaux acides aminés énantiopurs de type pyrrolidine.[2]



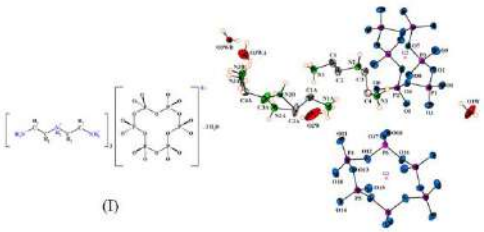

**1**. (a) Oikonomakos N. G., Kosmopoulou M., Zographos S. E., Leonidas D. D., Chrysina E. D., Somsák L., Nagy V., Praly J.-P., Docsa T., Tóth B., Gergely P., *Eur. J. Biochem.* **2002**, *269*, 1684–1696.
**2**. Aouadi, K., Abdoul-Zabar, J., Msaddek, M., Praly, J.-P. *Eur. J. Org. Chem.* **2014**, 4107-4114.

# Synthesis and characterization of a new cyclohexaphosphate $[NH_3\text{-}(CH_2)_2\text{-}NH_2\text{-}(CH_2)_2\text{-}NH_3]_2P_6O_{18}.3H_2O$

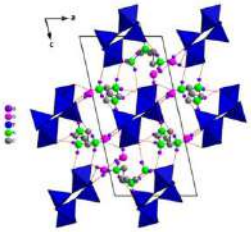
Lamia Khedhiri and Mohamed Rzaigui

*Laboratory of Materials Chemistry, Faculty of Sciences of Bizerte, 7021 Zarzouna, BizerteTunisia*

The development of condensed phosphate materials, which have practical applications as catalysis, fertilizers, biotechnological materials and sorbents, continues to be of primary interest in industrial and university laboratories. So to benefit from these materials, it is very useful to have a good knowledge of their structural characteristics in order to understand and establish a correlation with their properties. In this work, we report synthesis, crystal structure, and characterization by IR spectroscopy and thermal analysis of the new cyclohexaphosphate of organic cation $[C_4H_{16}N_3]_2P_6O_{18}.3H_2O$ (I). It should be noted that diethylenetriamine (DETA) has been involved in several anionic matrices, in particular phosphate anions such as $HPO_4^{2-}$, $P_4O_{12}^{4-}$ and $P_6O_{18}^{6-}$. The comparison of this structure with those published elsewhere **[1, 2]** shows that; these structures have a similarly typical layered organization and the same protonation of the organic cations. Furthermore, they are built up by a large number of similar hydrogen bonds formed between R-$NH_3$ groups, $H_2O$ molecules and phosphoric anions. In spite of these similarities, they present several differences in their crystal data, internal symmetry of the cyclohexaphosphoric anions and particularly the geometry of the phosphoric rings which shows significant distortion for the P-P-P angles and the diethylenetriammonium which has different conformations.



Ortep view of (I)



Projection along the b axis of the atomic arrangement of (I)

**[1]** Gharbi, A. and Jouini, A. (1995). *J. Solid State Chem.*, **114**, 42-51

**[2]** Khedhiri, L., Ackriche, S., Al-Deyab, S. S. and Rzaigui, M. (2012). *Acta Cryst.*. **E68**, o2038–o2039

# ETUDE DE L'EFFICACITE DE RETENTION DES CATIONS Hg(II) ET Cu(II) PAR LES NOYAUX DE DATTES

Amina REZGUI[a], Yasser HANNACHI[a],
Eric GUIBEL[b] et Taoufik BOUBAKER[a]

*[a]Laboratoire de Chimie Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivité(C.H.P.N.R), Faculté des sciences de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019 Monastir, Tunisie*
*[b]Ecole des Mines d'Alès, Centre des Matériaux des Mines d'Alès, C2MA/MPA/BCI, 6, Avenue de Calvières, F-30319 Alès Cedex, France*

Récemment Abudaia et al ont découvert que les noyaux de dattes utilisés comme charbon actif peuvent éliminer environ 30 % des cations Cu(II) des solutions aqueuses. L'efficacité de ce type de résidu naturel a été également mise en évidence par Madhava Rao et al. Ces auteurs ont montré que la capacité d'adsorption des cations Hg(II) peut atteindre jusqu'à 80 %.

Dans la mesure où les noyaux de dattes n'ont jamais été utilisés comme adsorbant pour la rétention des cations métalliques sous leur forme lignocellulosique, il nous est donc apparu que l'utilisation des noyaux de dattes sous leur forme native pourrait se traduire par une amplification des processus d'adsorption. Dans ce contexte, nous avons décidé de procéder à une étude exhaustive des capacités d'adsorption des cations Hg(II) et du Cu(II) des milieux aqueux par ce résidu naturel.

Nous présenterons dans cette communication les résultats cinétiques et structurale obtenus. Cette présentation sera suivie d'une discussion qui nous permettra de faire ressortir quelques points importants pour la compréhension du comportement de ce type d'adsorbant. Par ailleurs, l'étude comparative de notre support avec d'autres adsorbants rapportés dans des conditions expérimentales similaires a révélé que les capacités de rétention des cations Hg(II) ($\approx$ 38 mg $g^{-1}$) et Cu (II) ($\approx$ 17 mg $g^{-1}$) sont nettement supérieure à celle du charbon actif ($\approx$ 26 mg $g^{-1}$ pour les cations Hg(II) et $\approx$ 0,3 mg $g^{-1}$ pour les cations Cu(II)).

**Mots clés:** Biosorption, métaux lourds, noyaux de dattes, cinétique.

## References

[1] J. A. Abudaia, M. O. Sulyman, K. Y. Elazaby, S. M. Ben Ali. Int J Environ Anal Sci Dev., **2013**, 4(2), 191-195.
[2] M. M. Rao, D. H. K. Reddy, P. Venkateswarlu, K. Seshaiah. J Environ Manage., **2009**, 90, 634-643.

# ELECTRONIC AND OPTICAL PROPERTIES OF $LaEr_{(1-x)}Yb_xO_3$

A. Siaï [a], K. Horchani-Naifer [a], M. Férid [a]

*a)Laboratoire de Physico-Chimie des Matériaux Minéraux et leurs Applications, Centre National des Recherches en Sciences des Matériaux, Technopole de Borj Cedria, B.P.73, 8027 Soliman, Tunisia*

Rare earth oxides type perovskite have attracted considerable interest owing to their wide filed of applications, especially in green energy and high technologies [1]. In this work, $LaErO_3$ oxide type perovskite was prepared by solution combustion method and was characterized using IR spectroscopy, Raman scattering, DRX and SEM techniques. In contrast to $LaErO_3$ magnetic and electrical properties [2-4], the investigation of optical properties of erbium in perovskite lattice are not well studied in previous works. Then we suggest here to study the photo-luminescence properties of erbium in perovskite lattice with orthorhombic structure type (Pnma, 62) using fluorescence spectroscopy. In order to investigate optical interaction of $Er^{3+}$ in perovskite lattice with ytterbium, we propose to prepare $LaEr_{(1-x)}Yb_xO_3$ by combustion method and optical properties were investigated in the range of UV-visible-IR range [5].

Band gap energies for different doped samples were calculated and show the decrease in energy values with the increase of doped element. Moreover, ab initio calculations within the framework of density-functional theory (DFT), employing the generalized gradient approximation (GGA), were performed in order to study the band structure and density of states of $LaErO_3$.Emission spectra in the IR range, under excitation at 980 nm, show the presence of the characteristic emission band of erbium $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ at 1540 nm.

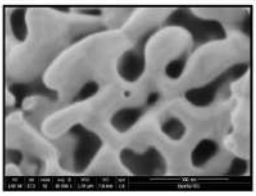


**Figure 1:** Scanning electron microscopy (SEM) image of $LaErO_3$

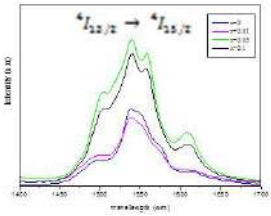



**Figure 2:** Emission spectra of $LaEr_{(1-x)}Yb_xO_3$ samples excited under 980 nm

**Key words:** perovskite, rare earths, infrared luminescence, DFT.

**References:**

[1] L. Cheng, C. Wang and Z. Liu, Nanoscale, 5 (2013) 23.
[2] Y. Laming, T. Norby, Solid State Ionics, 70-71 (1994) 305-310.
[3] C. Artini, G.A. Costaa, M.M. Carnascialib, R. Masinic, Journal of Alloys and compounds, 494 (2010) 336–339.

# PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF SAMARIUM OXIDE $Sm_2O_3$

Nihel Kallel-Kchaou, A. Garbout, M. Férid

*Laboratoire de Physico-chimie des Matériaux Minéraux et leurs Applications,*
*Centre National des Recherches en Sciences des Matériaux,*
*B.P.73 Soliman, 8027, Technopole de Borj Cedria, Tunisia.*
E-mail : nihel.kallel@yahoo.fr

The samarium oxide crystallizes in different crystal structures: monoclinic (C2/m), cubic (Ia-3) or hexagonal (P-3m1). Indeed, it is used especially in optical lenses, phosphors, lasers and thermoelectric devices.

The product $Sm_2O_3$ was synthesized by the Glycine-Nitrate-Process method (GNP) wherein the chelating agent is an amino acid namely glycine, $NH_2CH_2COOH$. This method is based on the self-combustion reaction between nitrate and glycine.

First, the starting precursor samarium oxide was calcined at 800°C in order to remove impurities and moisture and then it was characterized by the X-ray diffraction, FT-IR and Raman spectroscopy.

The powder synthesized and treated at 400 and 600°C was identified by the following techniques: X-ray powder diffraction, FTIR and Raman vibrational spectroscopies. Indeed, $Sm_2O_3$ compound crystallizes in the monoclinic system with space group C2/m, the cell parameters are: a = 14.1780 Å; b = 3.6288 Å; c = 8.8558 Å; β = 100.03 °; and Z = 6 (PDF No. 00-042-1464 ICDD-).

By increasing the temperature to 600°C, $Sm_2O_3$ changes phase and crystallizes in the cubic system with the Ia-3 space group. The cell parameters are: a = b = c = 10.92 Å and α = β = γ = 90 and Z = 16 (PDF No. 01-086-2479 ICDD-).

The average crystallite size is calculated from the Debye-Scherrer formula. The value is in the order of 27.6876 nm.

This very same synthesis was redone yet with an amount of glycine ten times greater than that used in the first synthesis. The powder elaborated and treated at 400 and 600°C was characterized by X-ray diffraction, Raman and infrared spectroscopy.

Unlike the first synthesis, the results provided show that the samarium oxide is present as a mixture of cubic and monoclinic phases at 400 and 600°C.

Indeed, the variation of the initial solution precursor composition modifies the structural properties of the synthesized powders.

In fact, the initial composition variation of the solution in precursor therefore modifies the structural properties of the synthesized powders and the variation rate of glycine added to the reaction medium causes a change in the crystal structure obtained.

# ETUDE DE LA CONDUCTIVITE ELECTRIQUE DE PHOSPHATE CALCINE

Sarra EL GHARBI, Karima HORCHANI-NAIFER, Mokhtar FERID

*Laboratoire de Physico-Chimie des Matériaux Minéraux et leurs Applications*
*Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux,*
*Technopole Borj-cedria, BP. 73-8027 Soliman-Tunisie.*

Le phosphate naturel de Tunisie est un phosphate sédimentaire dont le minéral le plus fréquent est la carbonate fluorapatite (ou francolite). Le traitement thermique de minerai à des températures élevées révèle une grande perte en masse avec un changement des propriétés physico-chimiques. Le francolite se transforme en fluorapatite après calcination à 950°C Ce travail porte sur l'étude des propriétés électriques de phosphate calciné par spectroscopie d'impédance complexe. L'énergie d'activation de notre composé dans le domaine de température 773 K-993 K est de $E_a$=1,30 eV.

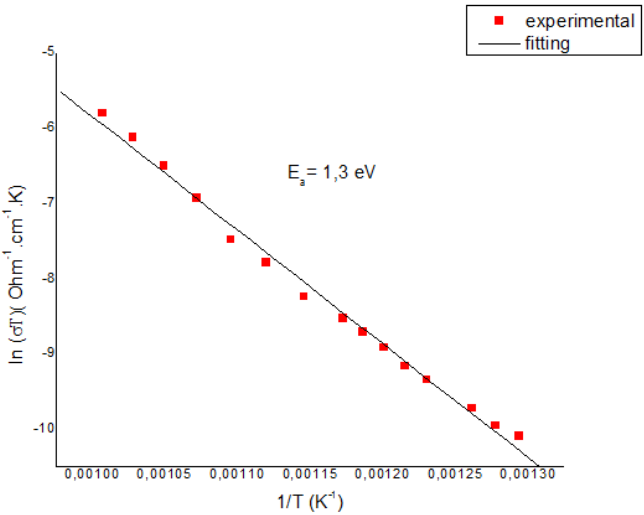



**Figure 1:** Représentation de Ln (σT) en fonction de 1/T.

**Key words:** Calcination; Fluorapatite; Conductivité ionique

# Spectroscopic properties of $Dy^{3+}$ in the polyphosphate $KLa_{(1-x)}Dy_x(PO_3)_4$

S. Chemingui, M. Ferhi, K. Horchani-Naifer et M. Férid

*Laboratoire de Physico-chimie des Matériaux Minéraux et leurs Applications,*
*Centre National des Recherches en Sciences des Matériaux,*
*B.P.73 Soliman, 8027, Technopole de Borj Cedria, Tunisia.*
E-mail : chminguisondes@yahoo.fr

Polycrystalline powders of $KLa_{(1-x)}Dy_x(PO_3)_4$ (x=0.5, 1, 5, 10%) have been grown by solid state reaction. The obtained powders are characterized through X-ray powder diffraction, FTIR and Raman spectroscopy. The registered X-ray diffractograms are relative to the monoclinic system of space group $P2_1$. The infrared and Raman spectra show that these products are formed by condensed polyphosphate with linear chain. The absorption, excitation, emission spectra and the decay curves of the emission of $Dy^{3+}$ ion in all synthesized samples are registered at room temperature. The observed lines are assigned to electronic transitions characteristic of the $Dy^{3+}$ ion. The emission spectra of the products obtained consist mainly of two intense lines located towards 480nm (blue) and 573nm (yellow) which are attributed, respectively to the $^4F_{9/2} \rightarrow {}^6H_{15/2}$ and $^4F_{9/2} \rightarrow {}^6H_{13/2}$ transitions. The intensity of the $^4F_{9/2} \rightarrow {}^6H_{15/2}$ transition is increases at low concentrations ($\leq$1%) and then decreases. The decay curves of the emission $^4F_{9/2}$ level is change from the exponential shape to non-exponential shape and the chromaticity coordinates vary from blue to white by increasing in $Dy^{3+}$ concentration.

# Synthesis and structural study of the diphosphate $KErP_2O_7$

M.Chaker, T.Turki, K.Horchani-Naifer & M.Ferid

*Laboratoire de Physico-Chimie des Matériaux Minéraux et leurs Applications,*
*Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux,*
*Technopole Borj Cédria, Tunisie*
E-mail : manel872006@hotmail.com

The diphosphate KErP2O7 was synthesized, by the solid method, in the presence of erbium. The obtained powder was characterized by XRD diffraction and infrared and raman spectroscopies. Results reveal the formation of a unique crystalline phase of KErP2O7. This phase crystallizes in the monoclinic system with P21/c space group with cell parameters: a = 7.5797 (2) Å, b = 10.9371 (3) Å, c = 8.5918 (2) Å, β = 106.92 (1)°, V = 810.537 Å3, Z = 4.

This structure is formed by P2O7 groups and the ErO7 polyhedron sharing oxygen so to form ErP2O12 entities. These entities are connected to each other to form a three dimensional framework, allowing the appearance of collinear tunnels which are occupied by K+ cations (Figure 1).

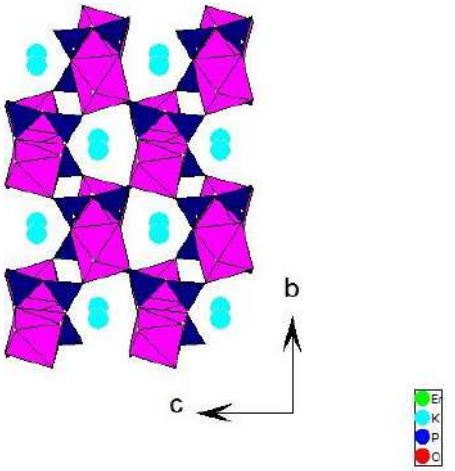



**Figure2:** Representation of the three-dimensional network

# SYNTHESE ET CARACTERISATION D'OXYDE MIXTE A BASE DE MAGNESIUM ET DE SILICIUM

Fairouz GHARIANI, Radouanne FEZEI,
Ahmed Hichem HAMZAOUI, Adel M'NIF

*Laboratoire de Valorisation des Matériaux Utiles*
*Centre National des Recherches en Sciences des Matériaux,*
*Pôle Technologique Borj Cedria*
*B.P.95 - 2050 Hammam-Lif. République Tunisienne*
e-mail : gharianifairouz@yahoo.fr

La forstérite ($Mg_2SiO_4$) est un oxyde double à base de magnésium et de silicium appartenant à la famille des olivines. Ce composé a fait l'objet de plusieurs travaux lors des dernières années grâce à ses diverses applications notamment dans les systèmes électroniques et les piles à combustible [1]. Le $Mg_2SiO_4$ a été largement synthétisé par voie solide. Néanmoins, cette méthode requiert des températures élevées, des temps de réaction assez lents et donne des poudres non homogènes. C'est au regard de ces limites que nous avons choisi, dans le cadre de ce travail, de préparer la forsterite par voie sol-gel en utilisant le nitrate de magnésium et l'orthosilicate de tétraéthyle (TEOS) comme réactifs. Le gel, synthétisé puis séché à 120°C, a été calciné à différentes températures entre 600 et 1100°C afin d'obtenir l'oxyde désiré. La forstérite, de structure orthorhombique, s'est formée à partir de 600°C. Une phase bien cristallisée a été obtenue à 900°C. Nous nous sommes servis de la spectroscopie IR pour identifier les bandes $SiO_4$ et $MgO_6$ caractéristiques de la forstérite. Pour les différentes poudres préparées, nous avons déterminé la distribution de tailles des particules moyennant un granulomètre à diffraction laser (**figure 1**). Les résultats obtenus montrent que les distributions sont unimodales. La taille moyenne des particules passe de 260 à 93 µm lorsque la température de calcination augmente de 600 à 900°C.

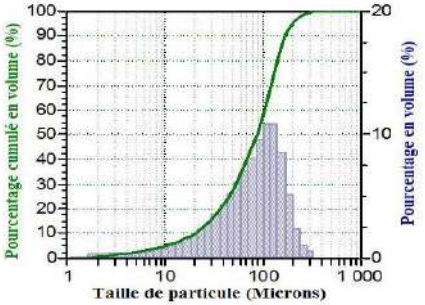



**Figure 1** : Répartition granulométrique en volume des particules de la forstérite préparée à 900°C.

[1] F. Tavangarian, R. Emadi, Synthesis and characterization of spinel-forsterite nanocomposites, Ceramics International 37 (2011) 2543-2548.

# Modeling and optimization of gypsum transformation into calcium fluoride using experimental design methodology

Hajer DOUAHEM*; Halim HAMMI;
Ahmed Hichem HAMZAOUI; Adel M'NIF

*Useful Materials Valorization Laboratory*
*National Centre of Research in Materials Science; Technologic Park of Borj Cedria*

The production of calcium fluoride and sodium sulphate from gypsum and NaF was studied. To optimize this conversion many factors were introduced and examined such as temperature, reaction time, NaF/gypsum ratio, stirrer speed, made of adding reagents and gypsum mass.

Several physico-chemical techniques were used to implement this study, namely gravimetry, ionometry, Atomic absorption, emission spectroscopy and X-Ray Diffraction.

Results obtained show that the NaF/gypsum ratio, reaction time and gypsum mass were the most influencing parameters. The optimum conversion conditions were obtained with the NaF/gypsum ratio equal to 2, at 2 hours of reaction and at room temperature. The conversion of $CaSO_4.2H_2O$ to $CaF_2$ in these conditions exceeds 95%.

**Keywords:** gypsum, calcium fluoride, conversion, optimum

# PREPARATION D'UN NOUVEAU CIMENT PHOSPHO-SILICO-MAGNESIEN

Ichraf Bouaoun; Halim Hammi; Adel M'nif

*Laboratoire de Valorisation des Matériaux Utiles*
*Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux; Technopole Borj Cedria*
*B.P.73–8027.Soliman. TUNISIE*

L'objectif de cette étude est la préparation d'un nouveau ciment phospho-silico-magnésien obtenu à partir d'un mélange de silicate de magnésium, de phosphate de potassium et de sable. Ce matériau trouve ces applications dans la réparation rapide des routes, des pistes d'aéroports et des ponts puisque son temps de prise est assez rapide jusqu'à quelques dizaines de minutes.

La synthèse du silicate de magnésium se fait par précipitation. Nous avons essayé dans un premier temps de trouver les conditions optimales de synthèse du silicate de magnésium (rapport molaire Mg/Si, température de calcination) qui donne avec le dihydrogèno-phosphate de potassium $KH_2PO_4$ un ciment phospho-silico-magnésien de bonnes propriétés mécaniques et qui est stable chimiquement. La caractérisation du produit obtenu s'est effectué par diffraction des RX, par analyse spectroscopique IR et par le dosage du magnésium et du silicium contenus dans le filtrat respectivement par complexométrie et spectroscopie UV-visible.

Nous avons réalisé les essais mécaniques de compression du ciment résultant et nous avons obtenu de bonnes résistances mécaniques pour les échantillons préparés à partir de Si-Mg calciné à des températures inférieures à 850°C. Ce résultat est en parfait accord avec les mesures par DRX de ces échantillons qui montrent la présence du K-struvite, la phase responsable des propriétés mécaniques du ciment.

# Cu-Fe-ZSM-5 Catalysts for Selective Catalytic Reduction of NO and NOx with ammonia: Effect of the Fe+Cu/Al molar ratio on the physicochemical and catalytic properties

H. Jouini[a], I. Mejri[a], C. Petitto[b], M. Mhamdi[a], G. Delahay[b], A.Ghorbel[a]

*[a)] Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire Tunis ElManar 2092 Tunis-Tunisie.*
*[b)] Institut Charles Gerhardt Montpellier, UMR 5253, CNRS-UM2-ENSCM-UM1, Equipe MACS, Ecole Nationale Supérieure de Chimie 8, rue Ecole Normale 34296Montpellier Cedex 5, France.*

Nitrogen oxides NOx contribute to acid rain which damages environment in addition to potentially harm to human health as they are ozone precursors. The selective catalytic reduction by ammonia is widely used to reduce emissions of these pollutants. This reaction requires a catalyst which presents a high NOx conversion, a hydrothermal stability, and must operate in a wide temperature range. Among the large number of catalysts active in the SCR of NO by $NH_3$, zeolites doped by transition metal ions especially Cu-ZSM-5 and Fe-ZSM-5 are the best catalysts employed. The aim of this work is to combine Cu and Fe in order to obtain a catalyst more efficient in the SCR-$NH_3$.A series of Cu-Fe-ZSM-5 catalysts were prepared by solid-state ion exchange method using H-ZSM-5 as starting material, $CuCl_2$, $2H_2O$ and $FeCl_2$, $4H_2O$ as precursor. In order to study the effect of the Cu+Fe/Al molar ratio variation on the catalysts physicochemical and catalytic properties, the theoretical exchange molar rates of Fe and Cu were varied. The different catalysts have been characterized by several analytical techniques. Chemical analysis by EDX shows that Fe and Cu were both retained by zeolites framework sites after ion exchange, the experimental exchanges rates are near the theoretical values. The X-ray diffraction shows that the crystallinity of the zeolite is insensitive to the heat treatment during the ion exchange. The absence of the diffraction peaks relative to Fe and / or Cu oxides shows that these species are well dispersed or are present with a size less than 5 nm undetectable by XRD. The TPR-$H_2$ results show three reduction peaks at 210°C, 340°C and 530°C corresponding to the reduction of $Cu^{2+}$ into $Cu^{+}$, to the reduction of $Fe^{3+}$ into $Fe^{2+}$ and to the reduction of iron species in $Fe_2O_3$. Furthermore, when the amount of iron is higher, the temperature of reduction increases indicating an interaction between Fe and Cu and a change in the redox behavior. The TPD-$NH_3$ study shows a decreased of the total acidity of the H-ZSM-5 after metal loading and a creation of a new acidity ascribed to the presence of Fe and Cu species. These results confirm the incorporation of the metal ions in the exchange sites of the zeolite as reveals the decrease of the surface of the h-peak attributed to Brönsted acid sites Si-OH-Al. The study of the catalytic performance of the solids in the SCR of NOx by $NH_3$ showed that the catalytic properties of solids are governed by Cu+Fe/Al molar ratio and essentially the catalyst issued from the theoretical composition Cu (40%)-Fe(60%)-ZSM-5(Si/Al=15) is the most efficient with a maximum conversion obtained since 300°C.

# DESIGN OF HYBRID $TiO_2$-CYANURIC ACID NANOCOMPOSITES - APPLICATION FOR THE PHOTO-DEGRADATION OF FORMIC ACID

Ons HANNAFI[a], Zouhaier KSIBI[a] , Hafedh KOCHKAR[a,b]

*[a)] Université El-Manar, Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Faculté des Sciences de Tunis, 2092 El Manar, Tunis, Tunisia*
*[b)] Laboratoire de Valorisation des Matériaux Utiles, Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux (CNRSM), Technopôle Borj-Cédria, 8027 Soliman, Tunisia*

$TiO_2$-cyanuric acid nanocomposites were successfully prepared by a simple sol-gel method in mild reaction condition (at low temperature (110°C) and atmospheric pressure) using titanium isopropoxide and quaternary ammonium bromide salt. In fact, the bromide salt acts as germs for low temperature $TiO_2$ crystallization [1]. However, the cyanuric acid inhibits the $TiO_2$ nanocristallites growth. Therefore, the synergy between the quaternary ammonium bromide salt and cyanuric acid yields to $TiO_2$ with tailored properties. The properties of the different catalysts were determined by means of: X-ray diffraction (XRD), ATR-IR, BET, RAMAN, UV-visible and laser granulometry techniques.
The XRD measurements reveal that the combination of both cyanuric acid and tetrabutyl ammonium bromide allows for the first time the formation of anatase phase at low temperature. Small coherent domains of $TiO_2$-cyanuric acid nanocomposites are obtained (6-14 nm). Increasing the percentage of cyanuric acid (2 to 5 wt%) yields to better $TiO_2$ crystallization.
Photocatalytic experiments for the formic acid photodegradation were then performed for both $TiO_2$ and $TiO_2$-cyanuric acid nanocomposites. Results showed clearly a strong impact of cyanuric acid on the photocatalytic efficiency. Knowing, that cyanuric acid is recalcitrant molecule which cannot be degraded under UV light [2-3]. Therefore, the higher activity was directly linked to the lifetime of generated electron-hole pairs. Therefore, the presence of cyanuric acid effectively decreases the electron-hole recombination rate favoring the enhancement of the photocatalytic activity $TiO_2$-cyanuric acid nanocomposites. This effect is probably directly related to the persistence of smaller anatase domains limiting the volume recombination rate.

**Key words:** photocatalytic degradation, anatase, $TiO_2$, cyanuric acid, ammonium bromide salt, sol-gel method.

**References**

[1] G. Goutailler, C. Guillard, S. Daniele and Liliane G. Hubert-Pfalzgraf, J. Mater. Chem., 13 (2003) 42-346
[2] Y. Oh, W. S. Jenks, J. Photochem. Photobiol. A: Chem 162 (2004) 323-328
[3] C.Miero, V. Maurino, and E.P Pelizzetti, Res. Chem. Intermed., 23 (1997) 291-310

# ENHANCEMENT OF PHOTOCATALYTIC ACTIVITY OF $TiO_2$ NANOTUBES BY POLYHYDROXYFULLERENE

Marwa Hamandi[a], Taieb Saied[b], Gilles Berhault[c], Zouhaier Ksibi[a] et Hafedh Kochkar[a,d]

*[a)] Université El-Manar, Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Faculté des Sciences de Tunis, 2092 El Manar, Tunis, Tunisia*
*[b)] Département de Chimie et Biologie, Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie (INSAT), Centre Urbain Nord BP676, 1080 Tunis,Tunisia*
*[c)] Institut de Recherches sur la Catalyse et de l'Environnement de Lyon, CNRS, Université Lyon I, 69100 Villeurbanne, France*
*[d)] Laboratoire de Valorisation des Matériaux Utiles, Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux (CNRSM), Technopôle Borj-Cédria, 8027 Soliman, Tunisia*

Fullerene $C_{60}$ is a promising dopant for decreasing the rate of the 'electron-hole' recombination's occurring in the context of the photodegradation of organic pollutants in water. We have demonstrated that simple or successive incipient wetness impregnation followed by heat treatment at 400°C for two hours is a versatile and efficient method for dispersing effectively various amounts of $C_{60}(OH)_n$ (in the range 0.5-5%, wt%) onto titania nanotubes [1-3].
The photocatalysts prepared were characterized by means of X ray diffraction (XRD), ATG-DSC, BET TEM, ICP-OES, ATR-IR and UV-visible spectrometry.
Photodegradation of formic acid under UV radiation is achieved in the presence of the $TiO_2$-$C_{60}(OH)_n$ nanocomposites. Gradually increasing the content of polyhydroxyfullerene up to 1.5 wt% promoted the photodegradation rate of formic acid. This value correlates with the maximum percentage of a monolayer formation. Above 1.5 wt% the activity decreases dramatically. In fact, from this value a multilayer is formed which prevents formic acid to be adsorbed at the catalyst surface.
The good photocatalytic performance on the $TiO_2$- fullerene nanocomposite systems could be attributed to a synergy effects between $C_{60}$ and $TiO_2$, which promoted the charge separation and limiting the volume recombination rate. Besides, ionic interactions may exist between formic acid and oxygen-containing functional groups on the surface of fullerene.

**Key words:** photocatalysis, poly hydroxyfullerene, nanocomposites, $C_{60}$-$TiO_2$

---

**References**

[1] A.Turki, H. Kochkar, G. Berhault, C. Guillard, A. Ghorbel, Appl. Catal. B: Environ. 138-139 (2013) 401-415.
[2] A. Turki, C. Guillard, F. Dappozze, G. Berhault, Z. Ksibi, H. Kochkar, J. Photochem. Photobiol. A: Chem, 279 (2014) 8–16.
[3] A. Turki, C. Guillard, F. Dappozze, G. Berhault, Z. Ksibi, H. Kochkar, Appl. Catal. B: Environ. 163 (2015) 404-414

# IMMOBILISATION DES CATALYSEURS DE JACOBSEN A BASE DE MANGANESE SUR UNE ARGILE DE TYPE LAPONITE ET LEUR APPLICATION DANS L'OXYDATION ASYMETRIQUE DE METHYL PHENYL SULFURE

Marwa Fadhli, Ilyes Khedher et Zouhaier Ksibi

*Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Département de Chimie, Université de Tunis El Manar, Faculté de Sciences de Tunis*

Dans de nombreux domaines de la chimie, la préparation de composés énantiopurs est d'importance majeure. C'est particulièrement le cas pour l'industrie pharmaceutique et la préparation de composés à visée thérapeutique.

Ce travail a concerné la préparation de deux catalyseurs hétérogènes à base de manganèse immobilisés sur une argile de type Laponite, synthétisés en utilisant deux méthodes de préparation différentes.

Les études texturales et structurales enregistrés dans les deux solides issus Salen-(Mn-Lap) et (Mn-Salen)-Lap, ont montrés que la deuxième méthode de préparation paraît plus performante pour l'insertion d'une quantité plus importante du manganèse entre les feuillets de l'argile et ce par la mise en évidence d'une baisse au niveau de la surface de BET dans le cas de Salen-(Mn-Lap), contrairement au solide (Mn-Salen)-Lap qui montre une augmentation de la surface de BET. Cet effet peut être confirmé davantage par la détection par DRX d'un écartement des feuillets dans le solide Salen-(Mn-Lap) plus important que dans le cas de (Mn-Salen)-Lap.

L'application catalytique de ces catalyseurs dans l'oxydation asymétrique des sulfures montre que le solide (Mn-Salen)-Lap paraît plus performant et ce par l'obtention d'un excès énantiomérique plus important.

# Effets de pourcentage de Zirconium sur les catalyseurs $Pd/(Ce_xZr_{(1-x)}O_2)$ conçus pour la combustion du méthane

I. Ben Saïd[1], K. Sadouki[2], S. Fessi[2], L. Smiri[1], Z. Ksibi[2], A. Ghorbel[2]

[1]Laboratoire des Nano-objets et Microsystèmes (LNM), *Département de Chimie, Faculté des Sciences de Bizerte, Université de Cartage-Tunis, Tunisie*
[2]*Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Université Tunis-El Manar, Campus Universitaire 2092 Tunis, Tunisie*

La combustion catalytique du méthane est un moyen efficace pour la production d'énergie à partir de gaz naturel, ainsi que pour la réduction des émissions polluantes d'oxydes d'azote (NOx), d'oxydes de soufre (SOx) et des hydrocarbures non brûlés [1-3]. Les catalyseurs à base de palladium supporté sont largement utilisés dans ce domaine. Cependant, leur désactivation durant la réaction suite à une faible résistance thermique demeure un problème néfaste [4,5]. Ainsi, il s'avère nécessaire de modifier ces catalyseurs afin d'améliorer leur stabilité. Le dopage avec le cérium et le zirconium permet de promouvoir la stabilité thermique de ces catalyseurs et d'améliorer la mobilité d'oxygène dans le réseau [xx]. Cependant, l'optimisation des rapports molaires Zr/Si et Ce/Si reste un domaine de recherche intéressant. Dans ce cadre, des catalyseurs Pd $(Ce_xZr_{(1-x)}O_2)$/MCM-41 sont préparés par imprégnation du MCM-41 avec le nitrate de cérium et l'acétylacétonate de zirconium en variant la teneur de zirconium entre 0 et 50% et en fixant le rapport molaire Zr/Ce =2.

Les catalyseurs élaborés sont caractérisés par la physisorption d'azote, la chimisorption d'hydrogène, la diffraction des RX et la microscopie électronique à transmission puis testé dans la combustion de méthane.

Les résultats de caractérisation par physisorption d'azote montrent que les catalyseurs préparés avec différents pourcentages massiques de Zr et de Ce présentent des textures différentes. En effet, la surface spécifique, le volume et le diamètre des pores augmente lorsque le pourcentage de Zr diminue de 50 à 1%. Les résultats de la DRX montrent la formation d'une solution solide entre le cérium et le zirconium pour tous les catalyseurs.

Les photos de la microscopie électronique à transmission montrent une augmentation de la taille des particules lorsque la teneur de Zr augmente et par conséquent une diminution de la dispersion.

L'étude de l'activité des catalyseurs Pd/$(Ce_{0,33}Zr_{0,66})_y$MCM-41 dans la combustion de méthane montre une amélioration de la conversion grâce à l'introduction de Zr et de Ce. De plus, lorsque la teneur de Zr diminue de 15% à 1%, la conversion à 425°C augmente de 14% à 75%. Cependant, lorsque la teneur de Zr augmente de 15% à 50% la conversion à 425°C croît de 14% à 18%. Ces résultats peuvent être expliqués d'abord par l'amélioration de la dispersion de palladium avec la diminution de la quantité de zirconium puis par la formation de la solution solide prouvée par la DRX.

En conclusion, ces résultats prouvent que l'optimisation de la quantité de Zr et de Ce ajoutée aux catalyseurs Pd/ $(Ce_{0,33}Zr_{0,66})_y$ MCM-41 est indispensable pour promouvoir leurs activités et stabilités.

**Key words** : Combustion de méthane, catalyseur, MCM-41, solution solide de cérium et de zirconium.

---

**References**:

[1] S, Colussi, Catalysis Today 180 (2012) 124-130.
[2] A. Winkler, P. Dimopoulos, R. Hauert, C. Bach, M. Aguirre, Appl. Catal. B: Environ. 84 (2008) 162-166.
[3] P. Gélin, M. Primet, Appl. Catal. B 39 (2002) 1-37.
[4] Z. Zhong-liang, J. Sheng-fu, Y. Feng-xiang, L. Ze-xiang, L. Cheng-yue, Journal of Fuel Chemistry and Technology 35 (2007) 583-588.
[5] [Catalysis Today 176 (2011) 36– 40] Catalytic combustion of methane over mesoporous silica supported palladium.

# ELABORATION DE NANOPOUDRES DE PHTALOCYANINE/CHITOSAN-$TiO_2$ : APPLICATION A LA DEGRADATION PHOTOCATALYTIQUE DES POLLUANTS.

Amel Hamdi [a], Sami Boufi [b], Soraa Bouattour [a]

[a] *Laboratoire de CHIMIE INORGANIQUE, Faculté des Sciences de Sfax Université Sfax, Tunisie*
[b] *Laboratoire LMS, Faculté des Sciences de Sfax, Université Sfax B.P. 802-3018 Sfax, Tunisie*

L'utilisation très massive des composés aromatiques et leurs dérivés durant les dernières décennies dans les industries et les domaines des agricoles a conduit à une pollution considérable des eaux souterraines et superficielles à travers le monde. Le problème d'élimination de ces polluants est devenu au fil des années une préoccupation essentielle dans la gestion de notre environnement. L'approche photocatalytique, mettant en jeu un rayonnement lumineux et un photocatalyseur, présente une voie d'étude importante pour faire face à ce problème.

Notre approche consiste à élaborer à basse température des semi-conducteurs hybrides à base de dioxyde de titane (PC/CS-$TiO_2$) dans le but de déplacer la limite d'absorbance vers le domaine du visible afin de pouvoir utiliser le soleil comme source d'irradiation.

Afin de caractériser les catalyseurs élaborés, une étude des propriétés optiques à travers des analyses par UV-Visible a été effectuée. Une diminution nette du gap d'énergie a été mise en évidence pour ces catalyseurs par comparaison au $TiO_2$. Des mesures de diffraction des rayons X et par spectroscopie Raman ont été également réalisées dans le but d'identifier la phase cristalline formant les échantillons.

Lors des essaies de dégradation les performances photocatalytiques des échantillons élaborés ont été évaluées. L'influence de plusieurs paramètres a été analysée à savoir le taux de phtalocyanine utilisé, la structure chimique et la concentration initiale du polluant modèle utilisé. Des rendements très intéressants ont été obtenus lors de la dégradation des amines aromatiques. Des études de la réutilisation des photocatalyseurs synthétisés ont également été menées. Une augmentation légère et progressive a été mise en évidence lors de la succession des cycles de dégradation.

# Preparation and characterization of mixed oxide for heterogeneous photocatalysis

Faten Ajala[a], Hinda Lachheb [a] Ammar Houas [a,b]

*[a)] Unité de Recherche Catalyse et Matériaux pour l'Environnement et les Procédés URCMEP (UR11ES85), Faculté des Sciences de Gabès/Université de Gabès, Campus Universitaire, Cité Erriadh, 6072 Gabès, Tunisie (a)*
*[b)] Al Imam Mohammad Ibn Saud Islamic University (IMSIU), College of Sciences, Department of Chemistry, Riyadh 11623, Saudi Arabia (b)*

The heterogeneous photocatalysis is an advanced oxidation process very effective in the degradation of the majority of organic pollutants. In this work ZnO-MxOy (M = Fe et Sn where Zn/M = 1/0.05) mixed catalysts were prepared successfully by sol-gel method and characterized by X Ray Diffraction (XRD), Diffraction Ray Spectroscopy (DRS) and Brunauer-Emett-Teller (BET). The photocatalystic activity of those catalysts was evaluated in the photodegradation of Indigo Carmin and Methylen Blue under visible irradiation. The performance of the photocatalysts was found dependent to the type of the solvent and the acid, hydrolysis rate (h) and to the calcination condition. The ZnO-(Fe2O3)0.05 photocatalyst prepared in propanol at h = 2 and calcined at 550°C for 1 h showed the highest degradation rate. This can be explained by the heterojunction which facilitates the separation of e-/h+ pairs and block the recombination.

**Key words:** Photodegradation, sol-gel, ZnO-SnO2, ZnO- Fe2O3, heterojunction.

# Enhanced of magnetic and magnetoelectric properties of $xNi_{0.4}Cu_{0.2}Zn_{0.4}Fe_2O_4$-(1-x) $BiFeO_3$ multiferroic nanocomposites prepared by hydrothermal method

Saida Fairouz[a], Megriche Adel[a], El Maaoui Mouhamed[a]

*[a)]Laboratory of Applied Mineral Chemistry UR11ES18 , Faculty of Sciences, University of Tunis El Manar, Tunis, Tunisia*

Multiferroic materials exhibits magnetoelectric behavior attracts interest because of their potential applicability in information storage, spintronic devices and sensors. Bismuth ferrite (BFO) is one of the few compounds present this type of combination under ambient conditions of temperature and pressure [1]. To improve its magnetic and magnetoelectric properties, several efforts have been made to develop composite nanostructures with spinel ferrites ($AB_2O_4$). The combination of materials that have well magnetic properties with materials with magnetoelectric properties leading to find a composite having a large ME effect at room temperature.

In the present work we report the effect of addition Ni-Cu-Zn ferrite on the structural, magnetic and magnetoelectric properties of novel $xNi_{0.4}Cu_{0.2}Zn_{0.4}Fe_2O_3$–(1-x)$BiFeO_3$ multiferroic nanocomposite prepared by hydrothermal method.

**Key words:** Multiferroic nanocomposite; magnetoelectric; hydrothermal method.

---

**References**

[1] G. Catalan, J.F. Scott, Physics and applications of bismuth ferrite, AdvancedMaterials 21 (2009) 2463–2485.

# Synthesis and crystal structure of a new organic-inorganic material 2-aminoethylpiperazinium pentachlorocuprate (II)

Sonia Mokaddem[a] & Habib Boughzala[b]

*Laboratoire de matériaux et cristallochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, 2092 El Manar, Tunis, Tunisie.*

The organic-inorganic hybrid materials represent now a great interest by dint of their physical and optical properties often used in the OLED applications.
In the title compound (C6 H20N3) [CuCl5]. 2H2O the Cu (II) ion is surrounded by five Cl- ions adopting square pyramidal coordination. The 2-aminoethylpyperazine is three times protonated ensuring the electrical neutrality in the structure. Hence, the crystal structure is stabilized by N-H…Cl hydrogen bonds forming a three dimensional network (Fig. 1).
The study of this compound by single X-ray diffraction reveals that the material crystallizes in the monoclinic space group $P2_1/c$ with a=9.6019(1) Å, b=9.2826 (3)Å, c=18.0444 (4) Å, β = 98.167(2)°, V = 1592.0(5) (Å$^3$), Z = 4, R($F^2$) = 0.0377 and Rw($F^2$) = 0.0991. This material was characterized using the XRPD to control the purity. The observed FTIR spectrum and the calculated one using PM3 (Parametrized Model number 3) are used to assign the absorption frequencies to the molecular vibration modes.

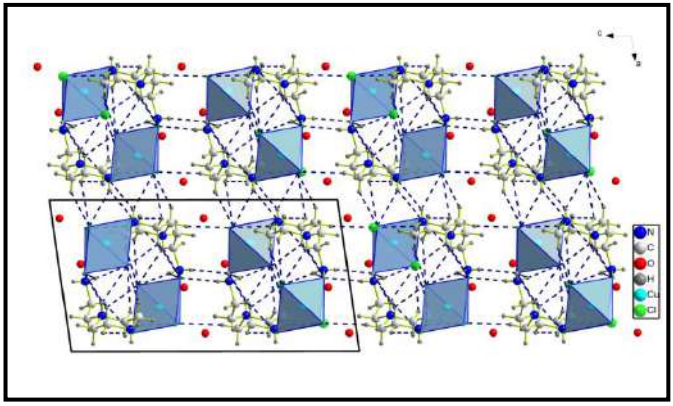



**Fig1:** A view of the packing of the title compound (C6 H20N3) CuCl5. 2H2O stacking along the b axis. Dashed lines indicate hydrogen bonds

**Key words:** single crystal, diffraction, FTIR spectroscopy, XRPD

# ETUDE DE L'EFFET DE LA TEMPERATURE SUR LA COMPOSITION PHENOLIQUE ET L'ACTIVITE ANTIOXYDANTE DE L'EXTRAIT ETHANOLIQUE DES FEUILLES DE *ERUCA VESICARIA LONGIROSTRIS.*

Bouacida Saoussen[1,2] Bouzouita Nabiha[1,2]

[1]*Ecole Supérieure des Industries Alimentaires de Tunis*
*58, Alain Savary 1003 Tunis.*
[2]*Laboratoire de Chimie Organique Structurale: Synthèse et Etude Physicochimique*
*Faculté des Sciences de Tunis*

Dans le présent travail, nous nous sommes intéressés à l'étude de l'effet de la température sur la composition phénolique et sur l'activité antioxydante de l'extrait éthanolique des feuilles de *Eruca vesicaria longirostris*.

Le dosage des phénols totaux et des flavonoïdes dans cet extrait réalisé par des méthodes spectrophotométriques, a donné respectivement des valeurs de l'ordre de 15,12 mg d'équivalent d'acide gallique /g d'extrait et 23,82 de mg d'équivalent de Rutin /g d'extrait.

Ces dosages ont révélé que les quantités de flavonoïdes, dans les extraits éthanoliques traités par la température, sont supérieures à celles trouvées dans l'extrait non traité sauf dans le cas du traitement de 100°C pendant 24h. Une valeur maximale de l'ordre de 41,11 mg d'équivalent de Rutin/g d'extrait est trouvée avec le traitement à 70°C pendant 24h. Le traitement à 100°C pendant 14h montre une valeur importante de flavonoïdes de l'ordre de 33,36 mg d'équivalent de Rutin/g d'extrait, par contre celui à 24 h la fait diminuer considérablement à une valeur de l'ordre de 10,6 mg d'équivalent de Rutin/g d'extrait.

Les dosages des phénols totaux ont montré que les échantillons, traités par la température, présentent des valeurs supérieures à celles de l'extrait non traité. Pour les deux températures 70°C et 100°C, plus la durée est importante plus la quantité de phénols totaux dosé est importante. Cette valeur atteint un maximum de l'ordre de 67,41 mg d'équivalent d'acide gallique /g d'extrait pour le traitement à 100°C pendant 24 h.

Le dosage de l'activité antioxydante, réalisée par trois méthodes : le test du pouvoir réducteur FRAP, le test anti-radicalaire sur $DPPH^{\cdot}$ et le test anti-radicalaire sur $ABTS^{\cdot+}$ a donné respectivement des valeurs de CI50 de l'ordre de 2450 µg/ml, 320 µg/ml et 410 µg/ml.

Les trois tests utilisés montrent que l'activité antioxydante augmente sous l'effet de la température. Toutes les valeurs de $CI_{50}$ du test FRAP trouvées, pour les échantillons traités, sont inférieures à celle trouvé pour l'échantillon non traité. Pour les deux températures 40°C et 70°C la durée du traitement de 14h marque une diminution de la valeur de la $CI_{50}$, par conséquent, une augmentation de l'activité antioxydante. On remarque que les valeurs trouvées les plus faible de $CI_{50}$ sont de l'ordre de 220,5 µg/ml d'extrait et 300 µg/ml d'extrait respectivement pour les traitements de 70°C/14h et 100°C/24h. Pour le test anti radicalaire sur DPPH, les traitements à 70°C/24 h et 100°C/24h on donné les valeurs les plus faibles de $CE_{50}$ respectivement de l'ordre de 40 µg/ml d'extrait et 45 µg/ml d'extrait. On remarque que, pour les trois températures utilisées, l'activité antioxydante augmente en augmentant la durée du traitement. Concernant le test sur ABTS, les échantillons traités à 100°C/4h et 100°C/24h ont donné les valeurs les plus faibles de $CE_{50}$ respectivement de l'ordre de 210 µg/ml d'extrait et 340 µg/ml d'extrait.

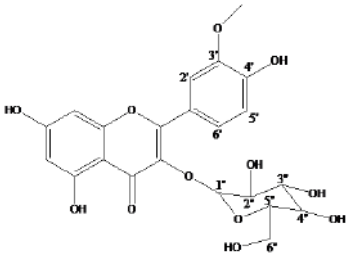
**Mots clés** : *Eruca vesicaria longirostris*, phénols totaux, flavonoïdes, activité antioxydante, effet de la température.

# ISOLEMENT ET ELUCIDATION STRUCTURALE DE FLAVONOIDES ANTIOXYDANTS DE LA PLANTE DIPLOTAXIS VIRGATA

Nizar BEN SALAH[a],Corinne SANGLAR[b], Sophie CHENAVAS[b], Aurelie FILDIER, Hervé CASABIANCA[b], Audrey BULETE[b], Emmanuelle VULLIET[b],NabihaBOUZOUITA[a,c]

*a-Laboratoire de Chimie Organique et Structurale : Synthèse Chimique et Analyse Physico-chimique, Faculté des Sciences de Tunis, 2092 El-Manar, Tunisie*
*b- Centre National de la Recherche Scientifique, Service Central d'Analyse, 5 rue de la Doua 69100 Villeurbanne, France*
*c- Ecole Supérieure des Industries Alimentaires, 58 Avenue Alain Savary 1003 Cité el Khadhra, Tunis*

Le présent travail est une contribution à la découverte de molécules naturelles bioactives issues de la biodiversité végétale tunisienne. Dans ce contexte nous nous sommes intéressés à l'étude phytochimique de la plante *Diplotaxisvirgata.*
Les séparations chromatographiques menées sur l'extrait butanolique des fleurs de la plante *Diplotaxisvirgata* ont conduit à l'isolement d'un composé à l'état pur noté F7.
L'étude structurale du produit isolé menée moyennant la spectrométrie de masse, la RMN 1D(1H,13C et le Dept 135) et la RMN 2D(COESY, HSQC, HMBC,NOESY) nous a permis d'identifier ce composé comme étant le Isorhamnetine-3-O-Glucoside isolé pour la première fois de la plante *Diplotaxisvirgata.*
L'extrait butanolique des fleurs a été testé pour ses activités antioxydante et antibactérienne. Les résultats obtenus montrent que cet extrait présente une activité antioxydante intéressante avec des $IC_{50}$ égale à 0,020 ± 0,001 mg/ mL, comparables à celle du BHT pris comme référence ($IC_{50}$= 0,018 mg/mL). L'étude de l'activité antibacterienne montre que *Salmonella* monocytogène est la bactérie la plus sensible avec un diamètre d'inhibition de 21 mm a une concentration en extrait de 25 µg / mL.




Isorhamnétine-3-O-Glucoside

**Mots clés :** *Diplotaxisvirgata*, séparation chromatographique, étude structurale, activité antioxydante, activité antibacterienne.

# INCREASING THE HEALTH BENEFITS OF BREAD: ASSESSMENT OF PHYSICAL AND SENSORY QUALITIES OF BREAD FORMULATED USING ARTICHOKE STEM POWDER

Maroua Boubaker[a], Chaima ben marzouk[a],
Abdel Fatah Omri[b], Nabiha Bouzouita[a]

*[a)] Ecole Supérieure des Industries Alimentaires de Tunis,*
*58 Avenue Alain Savary, 1003 Tunis, Tunisia.*
*[b)] Graduate School of Life and Environmental Sciences, University of Tsukuba, Japan*

Demand for health oriented products such as sugar-free, low calorie and high fibre products are increasing. One such recent trend is to increase the polyphenol content in food products to decrease risk of diseases associated with oxidative stress, such as cancer and cardiovascular disease. Artichoke is mostly known for its high amount of phenolic compounds.The present study was conducted to evaluate the potential use of Artichoke stem, a by-product of artichoke industry, as a source of polyphenols in bread. Artichoke Powder Stems (APS) was used to substitute 0%, 2.5%, 5%, 7.5% and 10% of wheat flour for making breads. Proximate composition of flour and APS (including dry matter, protein, ash and fat) were determined. Hunter color (L*, a*, b*and ΔE*), specific volume, total phenols and texture (Hardness, springiness, cohesiveness, Gumminess, chewiness, resilience and consistency) were analyzed and compared with those of wheat bread. A sensory evaluation was also performed to determine taste, odor, color and texture characteristics of each formulation. The results showed that Artichoke Powder Stems (APS) contained 10.8% moisture, 7.7% ash, 7.18% protein and 0.90% of fat. The volume of bread decreased with the increase in artichoke powder (APS) content. TPC of bread prepared without (APS) addition was 2.69 mg GAE/ g, whereas 10% APS addition resulted in the bread with a value of 10.74 mg GAE/ g. The L*, a* and b* values for the crust and crumb of samples bread were significantly ($P < 0.05$) altered by the addition of (APS). The incorporation of the artichoke powder modified significantly the bread textural properties for the formulations above 7.5%. Breads with artichoke powder were considered acceptable by the sensory panel, indicating that this ingredient is adequate for its use as a polyphenols source in bread.

**Key Words:** artichoke, polyphenols, bread, texture, sensory analysis

# Contribution à la caractérisation biochimique et nutritionnelle de trois espèces de champignons sauvages comestibles collectées du nord ouest de la Tunisie

Ibtissem Kacem, Nabiha Bouzouita

*Ecole Supérieure des Industries Alimentaires de Tunis,*
*58 Avenue, Alain Savary, 1003 Tunisie*
*Laboratoire de Chimie Organique et Structurale, Faculté des Sciences de Tunis,*
*2092 El-Manar, Tunisie*

Grâce à leurs caractéristiques nutritionnelles et organoleptiques, les champignons sauvages comestibles sont devenus importants dans les régimes alimentaires. Toute fois, les données sur la diversité de la mycoflore en Tunisie sont très rares malgré la diversité de la flore mycologique tunisienne.

La présente étude contribue à la détermination de la composition chimique (glucides, lipides, protéines et cendres) et nutritionnelle (sucres et minéraux) de trois espèces de champignons sauvages comestibles collectées dans le nord ouest de la Tunisie (***Boletus edulis, Hydnum repandum, Lactarius deliciosus***). Les résultats obtenus montrent une variabilité significative en fonction de l'espèce étudiée. Les protéines et les glucides constituent les fractions majoritaires de toutes les espèces avec une faible teneur en lipides. L'analyse de la composition en sucres, réalisée par chromatographie liquide haute performance, révèle une variabilité significative avec une dominance particulière du mannitol et du tréhalose. La composition en minéraux, elle aussi, présente une variabilité significative avec des teneurs élevées en potassium (K) et sodium (Na).

**Mots Clés :** Champignons sauvages comestibles, composition chimique, composition nutritionnelle, sucres, minéraux.

# POLYPHENOLS' CHEMICAL STRUCTURE DIRECT ANTIOXIDANT ACTIVITY: A NEW METHOD OF INVESTIGATION

Salma Kammoun [a, b], Lukasz Ciesla [c], Nabiha Bouzouita [a, b]

[a] *Laboratory of Structural Organic Chemistry, Faculty of Sciences of Tunis, Tunisia (a)*
[b] *Laboratory of valorisation of natural substances, High School of Food Industries of Tunis, Tunisia (b)*
[c] *Department of Inorganic Chemistry, Medical University of Lublin, Poland (c)*

Oxidative stress is considered one of the major reasons of several diseases, e.g.: atherosclerosis, Alzheimer and Parkinson's diseases, some cancers and many others. Natural antioxidants have been widely used in the prevention and some of them also in the treatment of the aforementioned ailments. The focus of many scientific researchers has been on plant polyphenols possessing potent and direct free radical scavenging ability due to their specific chemical structures.

In this study, we focused on developping a new, simple and reliable analytical procedure enabling a fast screening of selected standard compounds, phenolic acids and flavonoids, and examining their behaviour after DPPH$^{\bullet}$ staining on the surface of a TLC plate allowed to elucidate the relation structure – antioxidant activity.

Thin-layer chromatography coupled with image processing, by means of freely available program – Sorbfil TLC videodensitometer, has been shown to be useful in screening a set of standards. The activity of the individual compound was expressed in relation to the activity of rutin.

Some standards, which their yellow spots appeared immediately after staining, quickly scavenge free radicals and terminate chain reaction are found to be more potent compared to rutin, namely: rosmarinic acid, (-)-epicatechin, (+)-catechin, 2,5-dihydroxybenzoic acid (gentisic acid), 2-hydroxybenzoic acid (salicyclic acid), 3,4,5-trihydroxybenzoic acid (gallic acid) and 3,4-dihydroxybenzoic acid (protocatechuic acid). Two hydoxylic groups in para-position to carboxylic group in a phenolic ring or structural elements enabling formation of a resonance stabilized molecule formed during the reaction with DPPH$^{\bullet}$, namely: catechol moiety were found to be essential for enhancing direct antioxidant activity. Compounds which reach plateau values much later can be considered as radical propagating agents, but not effective free radical scavengers.

**Key words:** TLC- DPPH$^{\bullet}$, phenolic standards, chemical structure, antioxidant activity, image processing.

# COMPARATIVE STUDY OF ANTIOXYDANT ACTIVITY AND CHEMICAL COMPOSITION OF OIL MILL WASTE WATER FROM TUNISIAN OLIVE VARIETIES (CHETOUI AND CHEMLALI)

Maissa Khemakhem, Nabiha Bouzouita

*Ecole Supérieure des Industries Alimentaires de Tunis, 58, Avenue Alain Savary, 1003 Tunis, Tunisie Laboratoire de Chimie Organique Structurale: Synthèse et Etude Physicochimique – Faculté des Sciences de Tunis*

Oil mill waste water (OMWW) is considered as a natural source of phenolic compounds with a wide potential of antioxidant activities. The aim of this study is to investigate the chemical composition and the antiradical scavenging activity of OMWW from three phases processing of Chetoui and Chemlali cultivars.

OMWW generated from the Chetoui olive fruit contained higher total phenol content (2.48 g/l). Flavonoids were also present at higher concentration (9.57 g/l) in the OMWW produced from Chetoui cultivar. Proanthocyanidins were moreover identified in small amounts in OMWW generated from both chetoui (0.205 g/l) and Chemlali (0.391 g/l) cultivars.

The antioxidant potential of the extracts was determined by DPPH, ABTS and FRAP assays. Results show that the OMWW extract from the Chetoui variety is more active than the extract of Chemlali cultivars in the DPPH assay  $EC_{50}$ values were 7.5 ± 0.005 ppm and 34 ± 0.002, respectively. Moreover, OMWW extract from the Chetoui cultivar show an antiradical activity similar to BHT ($EC_{50}$ = 7.1 ppm). Both extracts showed a similar antioxidant activity for ABTS assay and $EC_{50}$ were 55 ± 5 ppm and 60 ± 7.07 for respectively OMWW from Chetoui and Chemlali cultivars. The antiradical activity by FRAP assay show that the OMWW extract from the Chetoui variety is four times efficient than that of the Chemlali cultivar with $EC_{50}$ = 92.35 ± 7.99 ppm and 369.5 ± 11.31, respectively.

**Keywords:** oil mill waste water, antioxidant activity, Chetoui cultivar, Chemlali cultivar, polyphenolic content.

# COMPARISON OF ESSENTIAL OILS OF ANISUM SEED OBTAINED BY DIFFERENT MICROWAVE EXTRACTION METHODS

Hasnia BENMOUSSA[a*], Asma FARHAT[a],
Jalloul BOUAJILA[b] and Mehrez ROMDHANE[a]

[a)] *Unité de recherche Environnement, Catalyseur, et Analyse des Procédés, ENIG, Université de Gabès Route de Medenine, 6029, Gabès, Tunisia,*
[b)] *Université de Toulouse, Laboratoire des Interactions Moléculaires et Réactivité Chimique et Photochimique, UMR CNRS 5623, Université Paul-Sabatier, 118 Route de Narbonne, F-31062 Toulouse, France.*
b.benmoussahasnia88@yahoo.fr

Recently, with the development of the green chemistry and increasing interest of market demand in functional food, research into more effective and cleaner process of natural products is on-going, especially the aromatic plants to improve the quality of essential oils.
The conventional methods for the extraction of the essential oils have many disadvantages. This has driven researcher and manufactures to search for new, green and economic extraction techniques. Nowadays, extraction by microwave leads to high-quality for isolation of essential oil from aromatic plant because the microwave energy is a superior alternative to other thermal extraction techniques [1].
To confirm the potential of microwave technique, the present study was aimed to compare four innovative techniques: microwave assisted hydrodistillation MAHD, solvent free microwave extraction SFME, microwave steam distillation MSD, microwave hydrodiffusion and gravity MHG with conventional method hydrodistillation HD in order to find the most advantageous process in terms of extraction time, yield, extraction efficiency and aromatic composition of the essential oils obtained from anise seed.
Essential oils isolated by innovative processes were quantitatively (yield) and quantitatively (aromatic profile) similar to those obtained by HD. The method which gave the best results was MHG which gave reduced extraction time (15 min against 180 min for HD), lower cost and energy consuming (120 g $CO_2$ $g^{-1}$ essential oil versus 2000 g $CO_2$ $g^{-1}$ essential oil).
MHG appears as an efficient green alternative, economical and environmentally friendly approach for the extraction of essential oils from dried materials prior moistened.

**Key words:** Essential oil, hydrodistillation, microwave assisted hydrodistillation, solvent free microwave extraction, microwave steam distillation, microwave hydrodiffusion and gravity.

---

**References**

[1] H. M. Kingston, S. J. Haswell, Microwave enhanced chemistry: fundamentals, sample preparation and application, American chemical society, Washington, 1997.

# EFFET DE SECHAGE D'*EUCALYPTUS CAMALDULENSIS* SUR LE RENDEMENT ET LA QUALITE DES HUILES ESSENTIELLES

Ghodbane Houda[a], Bagane Mohamed[a], Romdhane Mehrez[b]

*[a)] Unité de recherche de la Thermodynamique Appliquée, ENIGabès, (a)*
*[b)] Unité de recherche MACS, ENIGabès, (b)*

Depuis des siècles, l'homme a utilisé les plantes médicinales et aromatiques dans plusieurs domaines, tels que la parfumerie, la pharmacologie et l'agroalimentaire, grâce à plusieurs propriétés. En effet, ces plantes sont souvent caractérisées par la biosynthèse de molécules odorantes qui constituent ce qu'on appelle les huiles essentielles connues depuis longtemps pour leurs activités antiseptique et thérapeutique dans la médecine populaire.

Ce travail entre dans le cadre de la valorisation de cette plante produite dans le sud Tunisien. Il s'agit d'étudier le séchage de cette plante et l'influence de ce séchage sur le rendement et la qualité des huiles essentielles.

L'extraction des huiles essentielles de la plante, accomplie par hydrodistillation. Le meilleur rendement d'extraction est atteint 0.879% à une température de séchage égale à 80°C.

Les analyses physico-chimiques de l'huile essentielle par chromatographie gazeuse-spectrométrie de masse ont montrés que les composés majoritaires de l'huile essentielle sont le 1,8-cinéole (61.5 - 26.21%) et le globulol (8.66 - 27.57%) et que la meilleure qualité est atteinte pour une température de séchage égale à 40°C.

**Key words:** Séchage, huile essentielle, rendement, qualité, Eucalyptus Camaldulensis.

# INFLUENCE GEO CLIMATIQUE SUR LA COMPOSITION EN METABOLITES SECONDAIRES DES FEUILLES D'*EUCALYPTUS GLOBULUS*

Marwa Trimeche[a,b], Naceur Etteyeb[a], Mehrez Romdhane[b]

[a] *Université de Gabes, Institut Supérieur de Biologie Appliquée de Médenine, Route el Jorf-km 22,5-4119 Médenine, Tunisie*
[b] *Université de Gabes, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gabes Avenue Omar Ibn El Khattab, Zirig 6029, Gabes, Tunisie*
trimeche.marwa@gmail.com

L'élévation de la teneur en métabolites secondaires pourrait être due aux changements géo-climatiques. En effet, ces biomolécules jouent un rôle important dans la protection des plantes vis-à-vis des différentes agressions de l'environnement et peuvent être de ce fait soumises à d'importantes fluctuations. Par conséquent, l'Eucalyptus adapté aux conditions climatiques aride et semi-aride (Tataouine, Zarzis et Sfax) pourrait augmenter son pool phénolique pour s'adapter au climat tempéré des régions de Jandouba et Mehdia. Les plantes répondent aux stimuli environnementaux en synthétisant les composés phénoliques qui peuvent les protéger contre différentes agressions.

L'analyse quantitative a montré que l'évaluation du contenu des phénols totaux en adoptant la méthode de Folin-Ciocalteu révèle la présence des quantités moyennement importantes en polyphénols pour les plantes de zones arides ou semi-arides. De même nous avons dosé les flavonoïdes par la méthode d'$AlCl_3$ qui nous mène à conclure que, également, les plantes de régions arides ou semi-arides contiennent principalement des flavonoïdes de types flavones et flavonols.

Le potentiel antiradicalaire des différents extraits a été déterminé par la méthode de DPPH dont les résultats montrent que les extraits des plantes de zones arides ou semi-arides riches en flavonoïdes possèdent une bonne activité, donc ces molécules (flavonoïdes) sont considérées comme des agents antioxydants de première classe et peuvent être employées comme des bio-inhibiteurs contre la corrosion des matériaux métalliques.

**Mots clés:** environnement, *Eucalyptus Globulus*, métabolites secondaires, pouvoir antioxydant, bio-inhibiteur

# Optimization of ultrasound-assisted extraction of antioxidant compounds from Tunisian *Zizyphus lotus* fruits using response surface methodology

Khaoula MKADMINI HAMMI[a]; Riadh KSOURI[a]; Hatem MAJDOUB[b]

*a: Laboratoire des Plantes Extrêmophiles. Centre de Biotechnologie de Borj Cedria. Technopôle Borj Cedria*
*b : Laboratoire des Interfaces et des Matériaux Avancés. Faculté des sciences de Monastir. Université de Monastir*

The ripe edible fruit of Zizyphus *lotus* (L.) is an excellent source of antioxidant compounds. Response surface methodology (RSM) using a central composite rotatable design (CCRD) approach was employed to optimize the extraction conditions of antioxidant compounds from fruits of *Zizyphus lotus* located at the region of Tozeur using ultrasound-assisted system .The antioxidant capacity of extracts was evaluated by 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl radical scavenging activity ($IC_{50}$) and phosphomolybdate assay to determine the total antioxidant activity (TAA) ( mg equivalent of Gallic acid per gram of dry matter).

A second-order polynomial models were successfully used for optimizing The effects of four independent variables, namely extraction time (min), ethanol concentration (v/v,%), extraction temperature (°C) and the ratio of liquid to solid (mL/g) on antioxidant capacity tests.

The same optimal conditions was used to get extract of *Zizyphus lotus* (L.) fruits with a higher total antioxidant activity and a lower $IC_{50}$ of scavenging activity on DPPH free radical. In fact, a compromise between these two responses ($IC_{50}$, TAA), according to the response surface analysis ,was determined and the optimum operating conditions for extraction were as follows: ethanol concentration, 50%; extraction time, 25 min; extraction temperature, 63°C and solvent to solid ratio, 67 (mL/g). Under these optimized conditions, the experimental total antioxidant activity was 75.9815 mg (GAE)/g dry matter and $IC_{50}$ of scavenging activity on DPPH free radical was 0.2895µg/mL. The adequacy modeling of these two responses exhibited that experimental values agreed with the predicted ones of 77.1338 mg (GAE)/g dry matter and 0.3116 µg/mL. Results prove that *Zizyphus lotus* (L.) fruits present a potential antioxidant activities that make it beneficial for human health in preventing or reducing oxidative damage.

# INFLUENCE DU PH DE L'EXTRACTION SUR L'ACTIVITE ANTIOXYDANTE ET ANTIGLYCATION DES POLYSACCHARIDES ISSUS DES RAQUETTES D'OPUNTIA FICUS - INDICA

Mohamed Aymen Chaouch[a], Jawhar Hafsa[b], Hatem Majdoub[a]

*[(a)] Université de Monastir, Laboratoire des Interfaces et des Matériaux Avancés, Faculté des Sciences de Monastir, Boulevard de l'environnement 5000 Monastir.*
*[(b)] Université de Sousse, Laboratoire de Biochimie, Faculté de Médecine de Sousse, Rue Mohamed el Karoui 4002 Sousse.*

Les polysaccharides avec leurs nombreuses applications industrielles présentent l'un des groupes le plus important des polymères naturels. En effet, les polysaccharides sont d'une importance capitale, particulièrement dans le domaine d'industrie agroalimentaire, cosmétique et pharmaceutique [1]. Ainsi, les raquettes de figuier de barbarie (*Opuntia ficus indica (OFI))*, qui est une plante très répandue en Tunisie, sont largement utilisées dans la médecine traditionnelle et présentent des propriétés biologiques intéressantes.

Une étude d'influence de pH d'extraction sur l'activité antioxydante et antiglycation des polysaccharides d'*Opuntia ficus-indica* a été entreprise.

Les polysaccharides sont extraits par ultrason à différents pH (acide, basique et neutre) avec des rendements allant de 0,65% (milieu basique) à 3,50% (milieu neutre). Les taux des sucres neutres et des acides uroniques (déterminés par des dosages colorimétriques) montrent que les différents polysaccharides extraits sont de types pectines. Les différentes grandeurs macromoléculaires ($M_w$, $M_n$, Đ, $R_H$ et $[\eta]$) sont déterminées par chromatographie d'exclusion stérique munie d'une triple détection réfractométrique, viscosimétrique et diffusion de la lumière multiangles (CES/DLMA/IR/VISCO). Les différents extraits possèdent un poids moléculaire très élevé, de l'ordre de $6\ 10^6$ g/mol.

L'activité antioxydante (DPPH, NO and TBARS) et l'inhibition de la glycation [2] des différents produits extraits ont été évaluées. Les résultats montrent que l'extrait acide présente une activité plus élevée que celle de l'extrait basique et neutre. Ceci est dû probablement à la richesse de l'extrait acide en acide galacturonique et par conséquent en groupements carboxyliques responsables de l'activité.

**Mots Clés:** *Opuntia ficus indica*, polysaccharides, pectines, activité antioxydante, activité antiglycation

## References

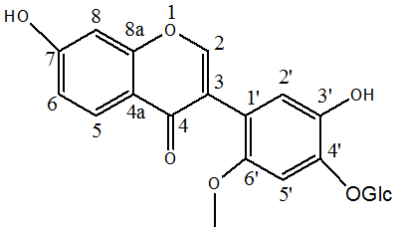
[1] Y. Shigemasa et S. Minami, *Biotechnol*., Genet. Eng., 13, 383, **1995**.
[2] Mouming Zhao, Ning Yang, Bao Yang, Yueming Jiang et Guihe Zhang, *Food Chem.*, 105, 1480–1486, **2007.**

# Isolation and structure elucidation of polyphenolic compounds from *Ononis angustissima*

Lotfi Ghribi[a,b], Pierre Waffo Téguo[b] and Hichem Ben Jannet[a]

[a]*Laboratoire de Chimie Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivité (CHPNR), Equipe : Chimie Médicinale et Produits Naturels, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Monastir, Université de Monastir Tunisie.*
[b]*Groupe d'Etude des Substances Végétales à Activité Biologique (GESVAB), Institut des Sciences de la Vigne et du Vin, Université de Bordeaux, 210 Chemin de Leysotte-CS50008, 33882 Villenave d'Ornon, France*
*lghribi@yahoo.fr

Plants provide a multitude of compounds that have found many applications in everyday life. The genus *Ononis* that belongs to the Fabaceae family is well represented worldwide [1]. Members of this genus have been shown to possess antibiotic, anti-inflammatory, antimicrobial, analgesic, cytotoxic and antidiabetic activities. To search for new bioactive natural metabolites in this plant, it though to us interesting to study the dichloromethane and ethyl acetate extracts of its roots not previously studied. Chromatographic separations performed led to the isolation of the seven pure products. The chromatographic separations made led to the isolation of eight pure compounds. The structures were established by means of spectroscopy methods.




**Key words:** *Ononis angustissima*, Fabaceae, polyphenolics, antioxidant, isoflavone

**Reference**

[1] Le Floc'h, E., Boulos, L., Vela, E., 2010. Catalogue synonymique commenté de la Flore de Tunisie. Banque nationale de gènes, Tunisie.

# ISOLATION AND IDENTIFICATION OF CYTOTOXIC AND ALLELOPATHIC SECONDARY METABOLITES FROM THE PODS OF *ACACIA CYCLOPS*

Amira Jelassi[a], Afifa Zardi-Bergaoui[a], Aymen Ben Nejma[a] , Meriam Belaiba[b], Jalloul Bouajila[b], Hichem Ben Jannet[a]

[a] *Laboratory of Heterocyclic Chemistry, Natural Products and Reactivity (LR11SE39), Team: Medicinal Chemistry and Natural Products, Faculty of Science of Monastir, University of Monastir, Tunisia*
[b]*University of Toulouse, Faculty of Pharmacy of Toulouse, Laboratory of Molecular Interactions and Chemical and Photochemical Reactivities, UMR CNRS 5623, University Paul-Sabatier, 118 Narbonne Road, F-31062 Toulouse, France*
amira_jelassi@hotmail.com

*Acacia* is the second largest genus in the leguminosae family **[1]**, comprising more than 1350 species worldwide **[**2**]**. Little is known about the chemistry of most species and it can provide the nutrients and therapeutic ingredients to prevent, mitigate or treat many diseases **[1].**

For that purpose, a phytochemical investigation of the Tunisian *Acacia cyclops* pods led to the isolation of four pure products, a flavonoid **1**, a saponin **2** and two new monoterpenoid glycosides **3** and **4**. Their structures were elucidated on the basis of extensive spectroscopic procedures including IR, MS and 2D-NMR.

The cytotoxic effect of the isolates was also evaluated in vitro against the human breast cancer (MCF-7) and ovarian cancer (OVAR) cell lines. Results showed that the highest cytotoxic activity was against MCF-7 cell line and was exhibited by the monoterpenoid glycosides **3** and **4** followed by the saponin **2**. Allelopathic effect of these compounds was evaluated on *Lactuca sativa* L., effects on seedling growth were observed for the four compounds.

**References**

[1] C. T. Sulaiman, C. T Sadashiva , S. George , V. K. Goplakrishnan , I. Balachandran, *Analytical Chemistry Letters*, 2013, *3:2*, 111-118,.

[2] Nasri, N., Elfalleh, W., Tlili, N., Hannachi, H., Triki, S., Khaldi, A.,. *Lipids in Health and Disease*, 2012, *11* , art. no. 49.

# Study of the composition and fractionation of olive oil of different varieties

Marwa Yahyaoui[a], Manef Abdrabba[a]

[a)] *Laboratory Materials Molecules and Application (L.M.M.A), Institute Preparatory of Scientific and Technical studies (IPEST), 2070, Marsa, Tunisia.*
marwayahyaoui@hotmail.fr

The unsaturated fatty acids present in olive oil, such as oleic acid (C18:1), Linolenique acid (C18:3) and linoleic acid (C18:2) are considered good fats. They have a good influence in the cardiovascular function, the treatment of blood sugar in diabetics and the reduction of inflammatory activity such as asthma and Crohn's disease.

Saturated fatty acids that are present in olive and mainly the Palmitic acid (C16:0) tend to promote cholesterol deposits in the arteries and increase the risk of cardiovascular disease. [1].

This work focuses on the evaluation of the content of fatty acids in olive oils of different varieties and the study of effect of geographical and climatic variability on the composition of different oils. One tentative of fractionation of olive oils of some different local varieties (Chemchali, Chétoui, Gérbaoui, Sayali, Oueslati) and a Spanish variety (Arbequina) is also described.

**Key words:** Unsaturated fatty acids, Oleic acid, saturated fatty acids, Palmitic acid, Fractionation.

## References

[1] Eurosciences Communication en collaboration avec l'institut de Recherche sur l'Arthériosclérose, Univérsité de Munster, Allmagne, L'huile d'olive dans la prévention des pathologies coronariennes et des facteurs de risque cardiovasculaire.

# Lipid peroxidation inhibition and antiradical activities of some leaf extracts of *Eucalyptus lehmannii*

Samira Sliti[a], Sameh Ayadi, Mohamed Arbi Khouja[b], Dominique Perrin[c], Manef Abderrabba [a]

*a: Unité de recherche Physico- Chimie Moléculaire., IPEST, BP51, La Marsa 2070, Tunisia.*
*b : Institut National de Recherches en Génie Rural, Eaux et Forêts, 2008, Ariana, Tunisia.*
*c: Laboratoire d'Etudes et de Recherche sur Matériau Bois (LERMaB), 54506 Vandoeuvre -lés -Nancy Cedex , France.*

This study aimed to evaluate and compare the antioxidant activity of *Eucalyptus lehmannii* (Myrtaceae) leaves extracts, using solvents of increasing polarity [(hexane, ethyl- acetate, acetone, absolute ethanol, absolute methanol, and aqueous methanol (methanol: water, 80:20 and 50:50 v/v)]. This activity was assayed by three methods.

The methanol: water (50: 50 v/v) exhibit higher antiradical activities ($EC_{50}$ = 14.1±0.41- 14.33 ± 1µg/ml) and exerted the highest percentage inhibition of the autoxidation of methyl linoleate (OUI=95.91%). The antioxidant capacity of the essential oil and different extracts as α- tocopherol and catechin standards was in the order of methanol: water, (50: 50 v/v) > methanol: water (80: 20 v/v) > methanol > ethanol > acetone > ethyl-acetate > hexane > essential oil extract. A positive correlation was found to be significant between total phenolic content and total antioxidant activity.

**Keywords:** *E. lehmannii;* Lipid peroxidation; methyl linoleate; extracts; antioxidant activity, total phenolics content.

# PHYTOCHEMICAL INVESTIGATION, ISOLATION AND CHARACTERIZATION OF COUMARINS FROM AERIAL PARTS AND ROOTS OF TUNISIAN *PITURANTHOS CHLORANTHUS (APIACEAE)*

Aloui Latifa[a], Zouari Sami[b], Guillard Jérôme [c], Geffroy Claude [d], Kossentini Mohamed [a]

[a)]*Laboratoire de Chimie Appliquée: Hétérocycle, Corps Gras et Polymères, Université de Sfax, Tunisia*
[b)] *Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieurs de Sfax, Sfax, Tunisia*
[c)] *Laboratoire de synthèse organique, Université de Poitiers, France*
[d)] *Laboratoire Eau, Géochimie, Santé, Université de Poitiers, France*

Coumarins have attracted attention of many researchers in recent years because of their diverse pharmacological properties which are mainly due to their structural variability and types of substitutions in their basic structure. *Pituranthos chloranthus* (family Apiaceae) is a small aromatic plant, which grows spontaneously in North Africa. It was investigated for its bioactive compounds especially coumarin derivatives. Powdered of aerial parts were extracted successively in n-hexane, ethyl acetate and ethanol using maceration method at room temperature. However, the crude extracts of the roots were prepared in methanol using "Speed extractor" apparatus. Different extracts were subjected to silice column chromatography and eluted with solvent mixtures of increasing polarity (petroleum ether, ethyl acetate and methanol) to isolate five pure products. The structure of the isolated compound was established using spectroscopic methods (UV, 1H-NMR, 13C-NMR, DEPT, HMBC, HSQC, COSY), and HRMS as well as by comparison of their NMR data with those reported in the literature. Three compounds were isolated from the n-hexane and ethyl acetate extract of the aerial parts and identified as isoimperatorin, osthol and oxypeucedanin. Osthol and oxypeucedanin have been isolated for the first time from the genus *Pituranthos.* Bergapten and nodakenetin were isolated from the methanolic extract of the roots.

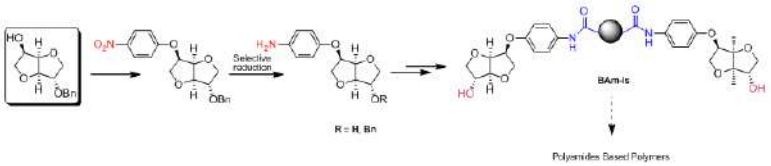
**Keywords**: Pituranthos chloranthus, NMR, coumarins, oxypeucedanin, Roots

# Synthesis and characterization of novel bio-based diols from isosorbide

Malek MSAHEL[a], Mongia SAID ZINA[a],
Eric DROCKENMULLER,[b] Raouf MEDIMAGH [a]

*[a)] Laboratoire des substances naturelles (LR10INRAP02)*
*Institut National de Recherche et d'Analyse Physico-chimique*
*Sidi Thabet Biotechpole, 2020 Ariana, (Tunisia)*
*[b)] Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux Polymères (UMR CNRS 5223),*
*Université Claude Bernard Lyon 1*
*15 Boulevard Latarjet, 69622 Villeurbanne Cedex (France)*

New biosourced unprotected diols were prepared by acylation reaction of aminoalcohol[1] based on 1,4:3,6-dianhydrosorbitol (Isosorbide **Is**) with several aliphatic and aromatic diacyl chlorides[2] (sebacoyl, adipoyl and terephthaloyl). Optimization of reaction conditions (solvent, base and so on..) has been investigated on the protected alcohols. The convenient selection of the base type revealed essential to ensure the selectivity of the addition reaction in order to obtain unprotected bis-amides diols **Bam-Is**. HRMS spectroscopy and 1D and 2D NMR techniques were investigated to ascertain the structures of the unprecedented monomers.




**Key words:** biosourced, 1,4:3,6-dianhydrohexitols, NMR, Isosorbide, diols.

## References

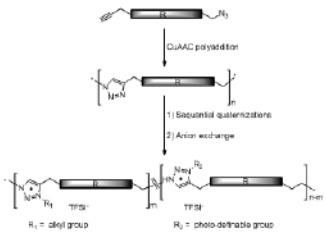
[1] Medimagh, R.; Saadaoui, A.; Mghirbi, S.; Marque, S.; Prim. D.; Fildier, A.; Bulete, A.; Raffin, G.; Chatti, S. *J. Polym. Res*. **2014**, *21*, 486-497.
[2] Medimagh, R.; Mghirbi, S.; Saadaoui, A.; Fildier, A.; Desloir-Bonjour, M.; Raffin, G.; Kricheldorf, H. R.; Chatti, S. *Comptes Rendus Chimie*, **2013**, *16*, 1127.

# SOFT LITHOGRAPHY OF FUNCTIONAL POLY(IONIC LIQUID)S

Imen Abdelhedi Miladi[a,b], Hatem Ben Romdhane[a], Eric Drockenmuller[a,c]

[a)] *Université Claude Bernard Lyon 1, Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux Polymères*
[b)] *Laboratoire de Chimie Organique Structurale et Macromoléculaire, Faculté des Sciences de Tunis, Département de Chimie, Université Tunis El Manar*
[c)] *Institut Universitaire de France (IUF)*

Poly(ionic liquid)s (PILs) have recently attracted a lot of attention in the fields of materials science and polymer chemistry since they combine the unique properties of ionic liquids with the tunable macromolecular design of polymer materials.[1] Their tremendous potential in a broad range of applications including dye sensitized solar cells, batteries, electrochromic devices or catalysis has been widely demonstrated.[2] 1,2,3-Triazolium-based poly(ionic liquid)s (TPILs) constitute the most recent addition to the pool of PIL materials.[3-5] Their synthesis benefits from the versatile, robust and orthogonal nature of CuAAC in combination with efficient quaternization and anion metathesis reactions. It thus affords developing new synthetic approaches and tackeling structural limitations of existing PILs such as lack of functionality. Herein we present the synthesis of functionalized TPILS having photo-definable reactive groups able to perform the unprecedented soft lithography of PIL materials.




Synthesis of photo-definable 1,2,3-triazolium-based poly(ionic liquid)s

**Key words:** Poly(ionic liquid)s, lithography, 1,2,3-triazoliums

## References

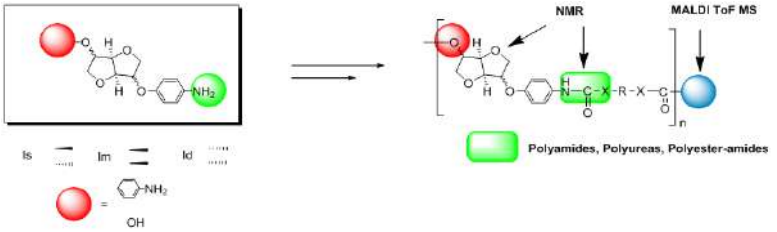
[1] Yuan J.; Mecerreyes D.; Antonietti M. *Prog Polym Sci* **2013**, 38, 1009–1036.
[2] Mecerreyes D. *Prog Polym Sci* **2011**, 36(12), 1629–1648.
[3] Dimitrov-Raytchev, P.; Beghdadi, S.; Serghei, A.; Drockenmuller, E. *J. Polym. Sci. Part A: Polym. Chem.* **2013**, *51*, 34-38.
[4] Mudraboyina, B. P.; Obadia, M. M.; Allaoua, I.; Sood, R.; Serghei, A.; Drockenmuller, E. *Chem. Mater.* **2014**, *26*, 1720-1726.
[5] Obadia, M. M.; Mudraboyina, B. P.; Allaoua, I.; Haddane, A.; Montarnal, D.; Serghei, A.; Drockenmuller, E. *Macromol. Rapid Commun.* **2014**, *35*, 794-800.

# New biosourced platform for the synthesis and characterization of novel polymers with enhanced properties

Raouf MEDIMAGH[a], Asma SAADAOUI[a], Aurélie Fildier[b], Saber CHATTI[a,b]

[a)] *Laboratoire des Substances Naturelles LR10 INRAP 02, Institut National de Recherche et d'Analyse Physico-chimique, Sidi Thabet Biotechpole, 2020 ARIANA, TUNSIE.*
[b)] *Université de Lyon, UMR 5280, Institut des Sciences Analytiques, 5, rue de la Doua, 69100 Villeurbanne, France*
raouf.medimagh@inrap.rnrt.tn

Polymers obtained from renewable feed stock building blocks represent a currently and rapidly expanding field of research. The 1,4:3,6 dianhydrohexitols (**DAH**) are considered as promising biomonomers in this field.[1] However some limitations due to a lack of stability and reactivity of hydroxyle functions gave rise to several attempts in order to significantly broaden their applications field. Modified **DAH**, displaying diamine or extended diol functions found application in polyamides, polyurethanes…[2,3] We propose herein an original platform of diamines and aminoalcohols derivatives based on three DAH for the building of several families of polymers.[4,5,6] Combination of NMR and MALDI ToF mass spectrometry allowed ascertaining all the characteristic signals proper to dianhydrohexitol core and to identify the polymers functions and their end chain nature. In another side MALDI Tof MS was used as a powerful and precise analytical tool to investigate the influence of **DAH** stereochemistry on the structures of the obtained polymers leading to interesting findings. These observations were confirmed when studying thermal properties of the obtained polymers.




## REFERENCES AND NOTES

1. J. Wu, P. Eduard, S. Thiyagarajan, J. van Haveren *et.all. Chem. Sus. Chem.* 2011, 4, 599-603.
2. F. Fenouillot, A. Rousseau, G. Colomines *et all*. *Prog. Polym. Sci*. 2010 35, 578-622.
3. M. Beldi, R. Medimagh, S. Chatti, *et all*. (2007). *Eur. Polym. J*. 43, 3415-3433.
4. R. Medimagh, S. Mghirbi, A. Saadaoui, *et all C. R. Chim.* 2013, 16, 1127-1139.
5. R. Medimagh, et. all. *J. Polym. Res.* 2014, 21, 486-498.
6. R. Medimagh et. All. *Polym. Int*. 2014, *Accepted*

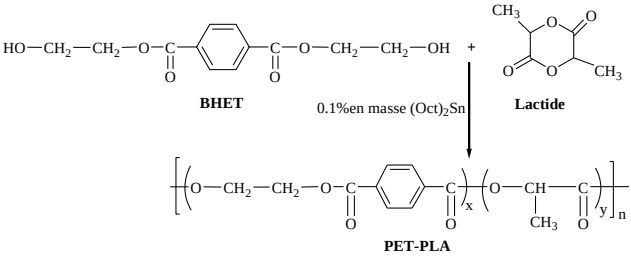
# RECYCLAGE CHIMIQUE DU PET : SYNTHESE DE COPOLYESTERS ALIPHATIQUES-AROMATIQUES A PARTIR DU PET DECHETS ET LE LACTIDE

Mariam BEN GARA[a], Wided KAMOUN[a], Slim SALHI[a], Christelle DELAITE[b], Souhir ABID[a], Rachid El GHARBI[a]

[a] *Laboratoire de Chimie Appliquée (H.C.G.P) - Faculté des Sciences Université de Sfax – Tunisie*
[b] *Laboratoire de Photochimie et d'Ingénierie Macromoléculaires Université de Haute Alsace-Mulhouse-France*

L'utilisation des polymères biodégradables dans le secteur de l'emballage pourrait être considérée comme solution possible aux problèmes actuels des déchets rejetés dans l'environnement.[1]

Dans la présente communication, nous nous sommes intéressés à la synthèse de nouveaux copolyesters aliphatiques-aromatiques à base de PET déchets. Ces polymères pourraient être biodégradables. Ils sont synthétisés par la technique de polymérisation par ouverture de cycle (R.O.P) entre le bis(2-hydroxy éthyl téréphtalate) BHET et le Lactide avec différents pourcentages massiques des deux comonomères. Le BHET a été synthétisé par glycolyse du PET déchets (bouteilles en plastique) en présence de l'éthylène glycol et de l'acétate de cobalt comme catalyseur. La structure des différents copolyesters a été élucidée par FTIR, RMN $^1$H, SEC, DSC et ATG.




**Key word :** Bis(2-hydroxy ethyl terephthalate) BHET, lactide, R.O.P

**Référence :**

[1] Webb, H.K., Arnott. J., Crawford, R. J., Ivanova, E. P. (2013) Polymer., 5 :1-18.

# Program of
# Monday, December
# 22nd 2014

# Synthèse énantiopurs de nouveaux acides aminés polyfonctinnels non naturels

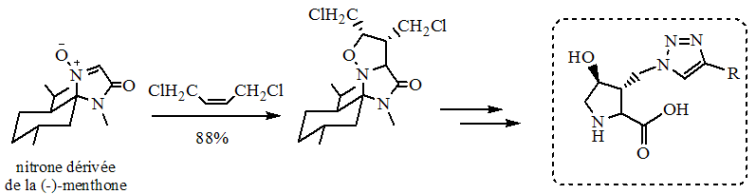
BRAHMI Jihed,[a,b] AOUADI Kaïss,[a] VIDAL Sébastien,[b] MSADDEK Moncef[a]

[a] *Faculté des Sciences de Monastir, Laboratoire de Synthèse Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivités, Université de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5000 Monastir, Tunisie*

[b] *Institut de Chimie et Biochimie Moléculaires et Supramoléculaires, Laboratoire de Chimie Organique 2 - Glycochimie, UMR-CNRS 5246, Université Lyon 1, 43 Boulevard du 11 Novembre 1918 F-69622, Villeurbanne, France*

kaiss_aouadi@yahoo.com

Dans la présente communication, nous proposons la synthèse de nouveaux acides aminés cycliques énantiomériquement purs renfermant un noyau pyrrolidine, qui devraient présenter des propriétés biologiques intéressantes. La stratégie de synthèse envisagée repose sur la réaction de cycloaddition 1,3-dipolaire entre le 1,4-dichlorobut-2-ène et une nitrone dérivée de la (− )-menthone. Le 1,4-dichlorobut-2-ène est choisi car il permet d'obtenir une isoxazolidine dichlorée qui peut être mono-azidée pour former l'intermédiaire mono-azidé et chloré. Cet intermédiaire nous permet donc de conserver une fonction halogénée pour former le cycle pyrrolidine en fin de synthèse mais aussi d'avoir une fonction azido permettant d'introduire une large diversité structurale par réaction de cycloaddition 1,3-dipolaire avec un alcyne.




**Mots-clés:** Nitrone, cycloaddition 1,3-dipolaire, CuAAC, isoxazolidine, acide aminé.

## Références

**1-** K. Aouadi, E. Jeanneau, M. Msaddek, J.-P. Praly, *Tetrahedron Asymmetry* **2008**, *19*, 1145−1154.

**2-** K. Aouadi, E. Jeanneau, M. Msaddek, J.-P. Praly, *Tetrahedron Lett.* **2012**, *53*, 2817–2821.

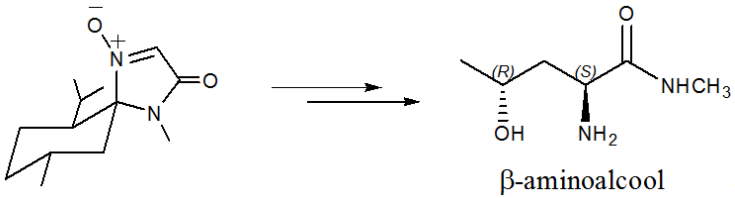
**3-** (a) K. Aouadi, S. vidal, M. Msaddek, J.-P. Praly, *Tetrahedron Lett.* **2013**, *54*, 1967–1971. (b) K. Aouadi, J. Abdoul-Zabar, M. Msaddek, J.-P. Praly, *Eur. J. Org. Chem.* **2014**, 4107−4114.

# Synthèse des β-aminoalcools énantiopurs par cycloaddition 1,3-dipolaire d'une nitrone chirale cyclique sur divers alcènes

Siwar Ghannay,[a] Kaïss Aouadi,[a] Moncef Msaddek,[a]

[a)] *Laboratoire de Synthèse Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivités, Faculté des Sciences de Monastir, Tunisie.*
kaiss_aouadi@yahoo.com

Nous avons récemment décrit une nouvelle voie de synthèse vers des acides aminés cycliques énantiopurs à partir d'une nitrone chirale dérivée de la (-)-menthone.[1] Cette synthèse stéréocontrôlée s'appuie sur la cycloaddition 1,3-dipolaire de la nitrone dérivée de la (-)-menthone sur des alcènes cycliques.[2] L'objectif de ce travail est de montrer la versatilité de notre méthode en l'appliquant à la synthèse des β-aminoalcools énantiopurs.



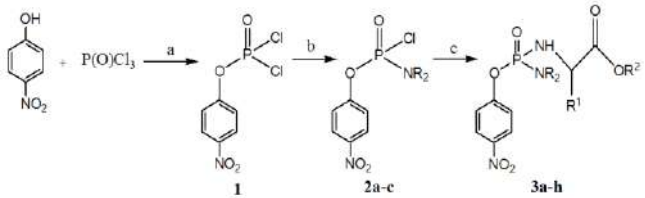

**1**. Aouadi, K., Vidal, S., Msaddek, M., Praly, J.-P. *Synlett*. **2006**, 3299-3303.
**2**. (a) Aouadi, K., Abdoul-Zabar, J., Msaddek, M., Praly, J.-P. *Eur. J. Org. Chem.* **2014**, 4107-4114 ; (b) Abda, H., Aouadi, K., Perrin, L., Msaddek, M., Praly, J.-P. Vidal, S. *Eur. J. Org. Chem.* **2014**, 6017-6024.

# SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF NEW ARYL PHOSPHORAMIDATES BEARING AMINO ACID GROUPS

M.A.K. Sanhoury [a], B. Ould Elemine [b], T. Barhoumi-Slimi [a], M.R. Khaddar [a] and M.T. Ben Dhia [a]

[a] *Laboratory of Structural Organic Chemistry: Synthesis and Physicochemical Studies, Coordination Chemistry Group, Department of Chemistry, Faculty of Sciences of Tunis, Campus Universitaire, 2092, El Manar I, Tunis, Tunisia,*
[b] *Unité de Chimie Moléculaire et Environnement, Université des Sciences, de Technologie et de Médecine, Nouakchott, Mauritanie.*
email: senhourry@yahoo.com

Phosphorus-containing compounds have proven to be important agents for anticancer and antiviral therapy and drugs containing these molecules are increasingly being explored in other therapeutic areas [1,2]. For instance, phosphoramidates are attracting much attention as potential prodrugs due to their ability to inhibit acetylcholinestrase [1]. Their biological activity was shown to be more pronounced when amino acid groups are introduced into these compounds [3-5]. As a continuation of our interest in organophosphorus chemistry, we report herein on the synthesis of new aryl phosphoramidates **3a-h** (see Scheme 1) in which various amino acid ester groups were incorporated. These products were fully characterized by multinuclear ($^1$H, $^{13}$C and $^{31}$P) NMR and IR spectroscopy. The $^{31}$P and $^1$H NMR data clearly reveal for alaninyl and leucinyl derivatives the presence of two phosphoramidate diastereoisomers, as expected, in roughly equi-molar proportions. The effect of the nature and sequence of the addition of different substituents in particular that of the amino acid on the reaction yield is discussed and compared.




$R_2N$ = $Me_2N$, $Et_2N$, $C_5H_{10}N$ or $OC_4H_8N$; $R^1$ = H, $CH_3$, or $CH_2CH(CH_3)_2$; $R^2$ = Me or Et.

**Scheme 1: (a)** TEA, $Et_2O$, -78°C; (b) $R_2NH$, $Et_2O$, 0°C, 12 h; (c) amino acid ester hydrochloride, TEA, THF, 10-40°C, 12 h.

**Keywords** : Organophosphorus compounds, aryl phosphoramidates, amino acids, NMR spectroscopy.

## References

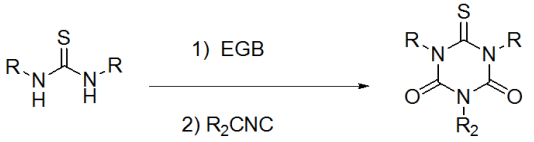
[1] B. Hong, F.M. Raushel *Biochemistry*, **1999**, 38, 1159-1165.
[2] S. J. Hecker, M. D. Erion, *J. Med. Chem.* **2008,** 51, 2328–2345
[3] G. F. Ruda, P. E. Wong, V. P. Alibu, S. Norval, K. D. Read, M. P. Barrett, I. H. Gilbert, *J. Med. Chem*. **2010**, 53, 6071–6078
[4] J.A. Madden, ,P.B. Hoyer, P.J. Devine, A.F. Keating *Toxicol. Appl. Pharm.*, **2014**, 277, 1-7.
[5] H. Garrido-Hermandez, K.D. Moon, R.L. Geehlen, R.F. Borch, *J. Med. Chem.*, **2006**, 49, 3368-3376.

# Synthèse électrochimique du 6- thioxo [1,3,5] triazinane- 2,4- dione

SBEI Najwa[a], HAOUAS Baya[a], RAOUFI Noureddine[a],
BENKHOUD Mohamed Lamine[a] et BOUJLEL Khaled[a]

*a) Laboratoire de chimie analytique et électrochimie Facultés des Sciences de Tunis(a)*

Les 1,2,3 triazinane –dione sont connus par leur utilisation en tant qu'herbicides[1]. L'action des bases electroengendrés (BEG) sur les thiourés disubstitués suivi de celle des isocyanate constitue une voie intéressante conduisant au 6- thioxo [1,3,5] triazinane- 2,4- dione trisubstitués composés qui peuvent avoir des application intéressante dans le domaine agricole et médicales. L'identification des produits synthétisés a été réalisée par IR et RMN $^{1}H$ et$^{13}c$ et confirmée par spectrométrie de masse.




**Mots clés :** Base électroengendrées, thio-urée, isocyanate, triazinane.

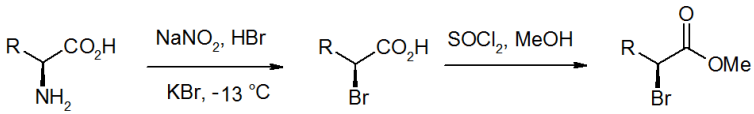
[1] Patent N° US 2013/0102463A1.

# Synthesis of chiral α-bromo esters and exploration in one-pot cyclization reactions

Najeh Tka and Béchir Ben Hassine

*Laboratoire de Synthèse Organique Asymétrique et Catalyse Homogène (01 UR 1201)*
*Faculté des Sciences de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019, Monastir, Tunisie.*

α-bromo esters are potentially useful intermediates used for the synthesis of several biologically active heterocyclic compounds[1-2]. In this communication, we report the synthesis of optically pure α-bromo esters starting from readily available natural amino acids as described in scheme1




**1** **2** **3**

**a**: R = Me; **b**: R = i-Pr; **c**: R = i-Bu; **d**: R = *sec*-Bu; **e**: R = Bn.

Treatment of amino acids **1** with sodium nitrite in a mixture of bromine and hydrobromic acid gave the corresponding α-bromo acids **2** with good yields. The conversion proceeded with retention of the configuration which can be explained by the formation of a lactone as intermediate. α-bromo esters **3** were obtained by esterifying **2** with methanol and thionyl chloride.

α-bromo esters were successfully used for the preparation of new 1,2,4-oxadiazin-5-ones by one-step cyclization reaction with chiral aminoamidoximes. The study of the synthetic features of these products to prepare new chiral heterocyclic compounds is under investigation.

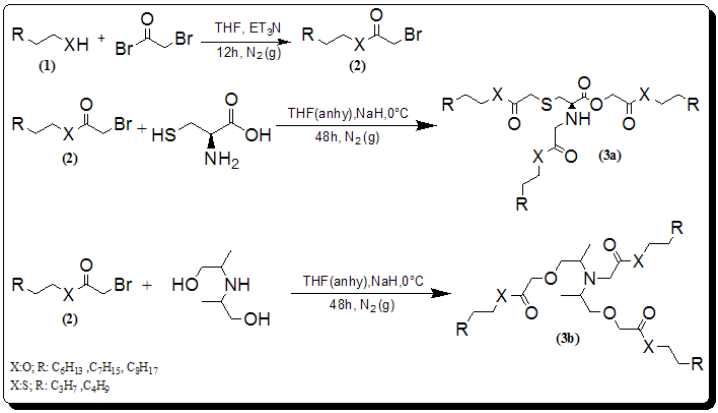
**1.** Briner, K.; Collado, I.; Fisher, M. J.; Garcia-Paredes, C.; Husain, S.; Kuklish, S. L.; Mateo, A. *Bioorg. Med. Chem. Lett.*2006, 16, 3449-3453.
**2.** Jung In Jang, Seock Yong Kang, Kyoung Hee Kang, Yong Sun Park , *Tetrahedron*., 2011,67, 6221-6226.

# Synthesis and Characterization of New Nonionic Tricatenary Surfactants

Manel BOUKARI*, Abdelkader KRIAA*, Ahmed HEDHLI*

**Laboratoire de Chimie Moléculaire Organique (UR13ES13), Ecole Supérieure des Sciences et Techniques de Tunis, 5, avenue Taha Hussein 1089, Montfleury Tunis, Tunisie*
E mail : manuela.1987@outlook.fr

In this paper, a series of new tricatenary nonionic surfactants **3a-b** were synthesized from the reaction of hydrocarbon thiols and alcohols with bromo acetyl bromide in anhydrous THF at 0°C for 48h under $N_2$ atmosphere. This reaction leads to the formation of intermediates (2) [1]. The reaction of these intermediates with cysteine and bis (2-hydroxyl propyl) amine gave surfactants (**3a**) and (**3b**) respectively, according to literature procedure (Scheme 1) [2].




**Scheme 1**

These new compounds were well characterized by conventional spectroscopic techniques namely 1H NMR, 13C and 19F. Surface activity of these new surfactants was evaluated on the base of surface tension (γs) measurements. The longer the chain is long over the surface tension decreases. We will also discuss the influence of oxygen and sulfur on yields and surface tensions.

**References**

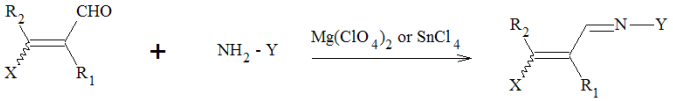
[1]. L. Joncheray, *Ph. D. thesis, University of Fluorine. Chem*. **1991,** *55*, 85-92.
[2]. N. LI, R. B, BAI, C. K, LIU, *Enhanced and selective adsorption of mercury ions on chitosan beads grafted with polyacrylamide via surface-initiated atom transfer radical polymerization. Langmuir*, **2005**, *25*, 11780–11787.

# SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF SCHIFF BASE DERIVATIVES

O. Ben Ahmed[a], M.T. Ben Dhia[a], T. Barhoumi-Slimi[a,b]

[a] *Laboratory of Structural Organic Chemistry: Synthesis and Physicochemical Studies, Coordination Chemistry Group, Department of Chemistry, Faculty of Sciences of Tunis, El Manar I University Campus of Tunis, 2092, Tunis, Tunisia.*
[b] *High Institute of Sciences and Technology of Environment of Borj Cedria Technopark of Borj-Cedria, University of Carthage, BP-1003, Hammam-Lif 2050 Tunisia*
E-mail: Mayma2909@gmail.com

Schiff bases have been widely studied and are considered as an important class of organic compounds in medical and pharmaceutical fields because of their broad spectrum of biological activities such as antibacterial, antifungal and antitumor effects [1-3]. They are also exploited in different areas including catalysis, crystal engineering and science materials [4]. They have a large number of synthetic uses in organic chemistry and are used as precursors for the synthesis of various heterocyclic compounds and natural products [5,6]. In this work, we describe the synthesis of a series of Schiff bases starting mainly from α,β-unsaturated aldehyde derivatives. In order to optimize the experimental conditions, the reactions have been carried out without or in the presence of either $Mg(ClO_4)_2$ or $SnCl_4$ as catalysts (Scheme 1). All the Schiff bases were fully characterized by multinuclear ($^1H$ and $^{13}C$) NMR and IR spectroscopy. The *Syn* stereochemistry in some of the α,β-unsaturated imines investigated was determined by NOESY technique. The effect of the nature of catalysts and substituents on the reaction yields of these Schiff bases is reported and discussed.




X = H, Cl  Y = iPr, $NH_2$

$R_1$ = H, COOEt, $CH_3$

$R_2$ = Ph, COOEt

**Scheme 1**

**Keywords:** α,β-Unsaturated aldehydes, Schiff bases, catalysts, NOESY.

## References

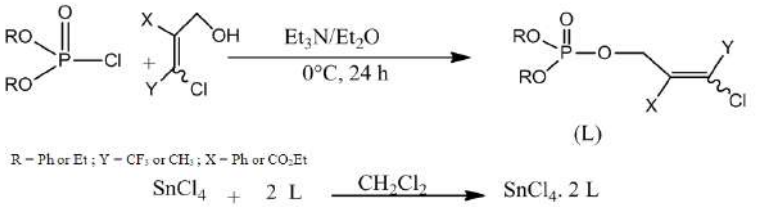
[1] N.R. Bader, *Rasayan J. Chem*, **2010**,*3*, 660-670.
[2] M. Ashraf , A. Wajid, K. Mahmood, M. Maah, I. Yusoff *Orient. J. Chem*., **2011**, *27*, 363–372.
[3] S. Arulmurugan, H.P. Kavitha, B.R. Venkatraman, *Rasayan J. Chem*, **2010**, 3, 385-410.
[4] D. Peralta-Dominguez, M. Rodriguez, G. Ramos- Ortiz, J.L. Maldonado, M.A. Meneses-Nava, O. Barbosa-Garcia, R. Santillan, N. Farfan, *Sensors and Actuators B: Chemical*, **2014**, *in press*, http://dx.doi.org/10.1016/j.snb.2014.09.100
[5] F. Palacios, A.M. O. De Retana, S. Pascual, G. F. De Troconiz, *Tetrahedron*, **2011**, *67*, 1575-1579
[6] M. Atobe, N, Yamazaki, C. Kibayashi, *Tetrahedron Lett*., **2005**, *46*, 2669-2673

# SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND COORDINATION CHEMISTRY OF ALLYLIC PHOSPHATES

Leila Bahri, T. Barhoumi-Slimi, M. A. K. Sanhoury, M. T. Ben Dhia

*Laboratory of Structural Organic Chemistry: Synthesis and Physicochemical Studies, Coordination Chemistry Group, Department of Chemistry, Faculty of Sciences of Tunis, El Manar University, Campus Universitaire El Manar I 2092, Tunis, Tunisia*
E-mail : leila.bahri8@gmail.com

There has been a growing interest in the synthesis and characterization of phosphates due to their potential biological activity, high reactivity and their use as intermediates for new phosphorylated natural substances [1,2]. In particular, recent studies have shown that the use of allylic phosphates, as potential precursors in metal-catalyzed cross coupling reactions, provides powerful tools for carbon-carbon bond formation [3-5]. In this work, we describe the synthesis of new allylic phosphates from the corresponding alcohols and dialkyl chlorophosphates. Interestingly, the coordination chemistry of these phosphates was investigated and showed that they formed stable octahedral complexes with tin tetrachloride. All these phosphates and their corresponding tin complexes were fully characterized by multinuclear ($^{1}H$, $^{13}C$, $^{19}F$, $^{31}P$ and $^{119}Sn$) NMR spectroscopy. The effect of different substiuents on the reaction yields and donor ability of these allylic new phosphates will be reported and discussed.




**Keywords:** Allylic phosphate, tin(IV) complexe, multinuclear NMR.

## References

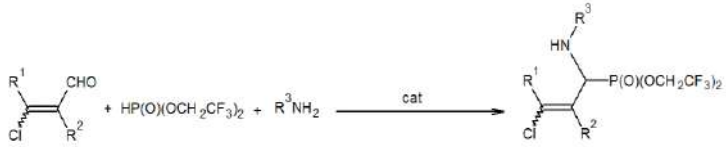
[1] G. Xie a, K-W. Cheng a, L. Huang a, B. Rigas. *J. Biochem. Pharmacl.* **2014**, 91, 249–255.
[2] D. Egron, J.L Imbach, G. Gosselin, A. M Aubertin, C. Pe´rigaud. *J. Med. Chem.* **2003,** 46, 4564-4571.
[3] C. C. Kofink, P. Knochel. *J.Org. Lett*. **2006**, 8, 4121-4124.
[4] V. Maslak, Z. Tokic-Vujosevic, R. N. Saicic. *Tetrahedron Lett.* **2009**, 50, 1858–1860.
[5] R. Shintani, R. Fujie, M. Takeda, K. Nozaki. *Angew. Chem. Int. Ed*. **2014,** 53, 6546 -6549.

# SYNTHESIS OF NEW α-AMINOPHOSPHONATES BASED ON KABACHNIK-FIELDS REACTION

Zayed Baccari, T. Barhoumi-Slimi, M.A.K. Sanhoury, M.T. Ben Dhia

*Laboratory of Structural Organic Chemistry: Synthesis and Physicochemical Studies, Coordination Chemistry Group, Department of Chemistry, Faculty of Sciences of Tunis, El Manar University Campus I 2092, Tunis, Tunisia.*
E-mail: Baccari.Zayed10@gmail.com

The synthesis of α-aminophosphonates is attracting increasing interest due to their wide spectrum of biological and/or medicinal activities and structural analogy to natural α-amino acids and α-aminophosphoric acids [1–3]. The Kabachnik–Fields reaction (KFR) represents one of the most direct and efficient methods for the synthesis of α-aminophosphonates [4]. In the present work, we describe the synthesis of new α-aminophosphonates *via* KFR between β-choloro-α,β-unsaturated aldehydes, amines and bis(trifluorethyl)phosphite. The starting β-chloro-α,β-unsaturated aldehydes and the aminophosphonates were prepared and fully characterized by multinuclear ($^{1}H$, $^{13}C$, $^{19}F$, and $^{31}P$) NMR and IR spectroscopy. The new biologically interesting aminophosphonates were obtained using either $SnCl_4$ or $TiO_2$ as catalysts. The results show that, unlike the reaction with imines, this reaction pathway does depend on the nature of both the substituents on the unsaturated aldehydes and the amine, affording in all cases the corresponding aminophosphonates in yields that are better for $SnCl_4$ than $TiO_2$ catalysts. This was interpreted in terms of complex formation in the case of the butyl derivatives with the catalyst $SnCl_4$.




$R^1$ = $CH_3$, $CF_3$, Ph or COOEt
$R^2$ = H, $CH_3$ or Ph
$R^3$ = $^t$Bu or Ph
Cat: $SnCl_4$ or $TiO_2$.

**Keywords:** β-Chlorovinyl aldehydes, α-aminophosphonates, Kabachnik Fields reaction, NMR.

**References**

[1] A. K. Bhattacharya, D. S. Raut,K. C. Rana, I. K. Polankia, M. S. Khan , S. Iramb, *Eur.J. Med. Chem*. **2013**, 66, 146-152.
[2] S. N. Ali,S. Zakir, M. Patel , M. Farooqui, *Eur. J. Med. Chem*. **2012**, 50, 39–43.
[3] Z. Rezaei, S. Khabnadideh, K. Zomorodian, K. Pakshir, S. Nadali, N. Mohtashami , E. FaghihMirzaei, *Int. J. Med. Chem*. **2011**, 11.
[4] M. I. Kabachnik., T. Ya Medved., Dokl. Akad. NaukSSSR. *Chem. Abstr*. **1953**, 47, 2724.

# REACTIVITE ELECTROPHILE DES 4-X-7-NITROBENZOFURAZANES

Imen JAMAOUI [a], Taoufik BOUBAKER [a], Régis GOUMONT [b]

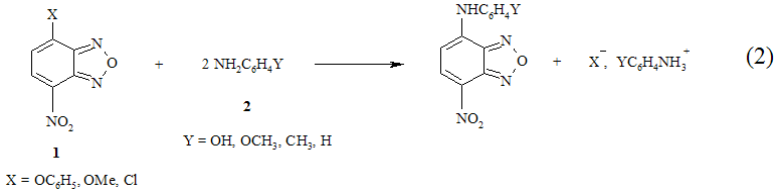
[a)] *Laboratoire de Chimie Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivité. Faculté des Sciences de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019 Monastir, Tunisie.*
[b)] *Laboratoire I.R.E.M, Institut Lavoisier-Franklin. Université de Versailles, 45, Avenue des Etats-Unis, 78035 Versailles Cedex, France.*

En 1994, Mayr et Patz ont suggéré que la faisabilité de tout couplage électrophile-nucléophile pouvait s'insérer dans une échelle universelle basée sur la relation (1), où E et N/s sont la force de l'électrophile et les caractéristiques du nucléophile, respectivement.

$$\log k\,(20\ °C) = s\,(E + N) \qquad (1)$$

L'échelle de Mayr est basée sur des mesures cinétiques, elle est établie à partir de mesures de constantes de vitesses k ($mol^{-1}$ L $s^{-1}$) de processus mettant en jeu un électrophile et un nucléophile. Un grand nombre de couplages entre de nombreux électrophiles (dérivés halogénés, allyle métaux, alcènes, arènes, aromatiques, diazoniums…) et de nombreux nucléophiles neutres et anioniques de toutes natures (alcools, amines, indoles, énamines, énolates, …) ont été intégrés au sein de cette échelle E/N.

L'objectif de cette communication a été d'appliquer la relation de Mayr pour le chiffrage de paramètre d'électrophilie E des 4-X-7-nitrobenzofurazane **1a-c** à partir de mesure des constantes de vitesse bimoléculaires des réactions de couplage de **1a-c** avec une série d'anilines para-Y-substituées (Y = OH, $OCH_3$, $CH_3$ et H) **2a-d** (Eq.(2)) dans l'acétonitrile et l'eau à 20 °C.




(2)

**Mots clés:** Benzofurazanes, équation de Mayr, électrophilie.

---

**Références**

[1] H. Mayr et M. Patz. Angew. Chem. Int. Ed. Engl., **1994**, 33, 93-957.
[2] D. S. Allgaüer et H. Mayr. Eur. J. Org. Chem., **2014**, 14, 2956-2963.
[3] N. Dhahri, T. Boubaker et R. Goumont. J. Phys. Org. Chem., **2014**, 27, 484-489.
[4] A. Echaieb, W. Gabsi et T. Boubaker. Int. J. Chem. Kinet., **2014**, 46, 470-476.

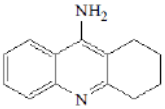
# Synthése et évaluation pharmacologique de nouveaux isoxazolotacrines

Oussama Cherif,[a] Fatma Allouche,[a]
Fakher Chabchoub,[a] et Jose Louis Marco-Contelles [b]

*[a)] Laboratoire de Chimie Appliquée: Hétérocycles, Corps Gras et Polymères. Faculté des Sciences de Sfax, Université de Sfax, 3018 Sfax, Tunisie*
*[b)] Laboratorio de Química Médica (IQOG, CSIC), C/ Juan de la Cierva 3, 28006-Madrid, Espagne.*

La maladie d'Alzheimer est devenue actuellement l'une des maladies les plus répandues et les plus graves. Pour cette raison, les travaux de recherche n'ont pas cessé pour trouver des molécules actives pour son traitement.

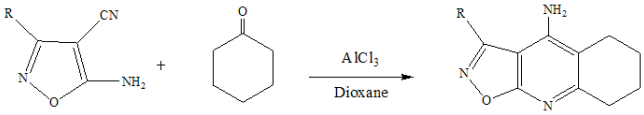
Parmi les substances de synthèse les plus connues, il y a la Tacrine.



Tacrine

Cette molécule n'est plus utilisée depuis 2007 à cause de sa hépatoxicité. De ce fait, les chercheurs se sont orientés vers la synthèse des homologues de la Tacrine.

Ce travail constitue une contribution dans ces efforts. Pour se faire, nous avons fait réagir l'aminocyano isoxazoles sur quelques cétones cycliques selon la réaction de Friedlander. Différents isoxazolotacrines ont pu être isolés et identifiés.




**OC41**: R= $C_6H_5$

Une étude pharmacologique sur ces produits synthétisés prouve qu'ils sont tous des inhibiteurs de l'AChE (acétylcholinestérase). En particulier, le composé **OC41** a montré qu'il est deux fois moins toxique que la Tacrine et il est en même temps un inhibiteur réversible de la butylcholinestérase BChE.

**Mots clés:** Isoxazolotacrine, toxicité, inhibiteur, butyrylcholinestérase, analyse cinétique, maladie d'Alzheimer.

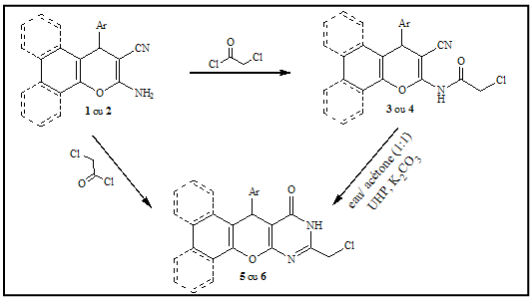
# IRRADIATIONS AUX MICRO-ONDES: SYNTHESE DE NOUVEAUX BENZOCHROMENOPYRIMIDINONES

AidaChaker [a,b], Fathi Zribi [a], Françoise Nepveu [b,c], Fakher Chabchoub [a]

[a)] *Department of Chemistry, University of Sfax, road Soukra km 4-3000 Sfax,Tunisia*
[b)] *UPS, UMR 152 PHARMA-DEV, F-31062 cedex 9, Toulouse, France*
[c)] *IRD, UMR 152, F-31062 cedex 9 Toulouse, France*

Nous décrivons dans ce travail la synthèse de nouvelles pyrimidinones par deux méthodes différentes en utilisant l'activation aux micro-ondes.

L'utilisation de la méthode MCR (Multi-Component Réaction) lors de l'action d'un aldéhyde aromatique, du malononitrile et du naphtol, nous a permis de préparer les 3-amino-1-aryl-1*H*-benzo[*f*]chromène-2-carbonitrile **1** et les 2-amino-4- aryl -4*H*-benzo[*h*]chromène-3-carbonitriles **2**.




La condensation de ces substrats avec le chlorure de chloroacétyle, suivie de l'UHP a permis de mettre en évidence une nette différence entre l'activation aux rayonnements micro-ondes et le chauffage classique. En effet, l'utilisation de cette nouvelle technique d'activation permet d'accéder aux 9-chlorométhyl-12-aryl-10,12-dihydrobenzo[5,6]chromèno[2,3-*d*]pyrimidin-11ones **5a-d** et les 10-chlorométhyl-7-aryl-7,9-dihydrobenzo[7,8]chroméno[2,3-*d*] pyrimidin-8-ones **6a-d** par deux méthodes différentes avec des temps de réaction et des rendements nettement meilleurs.

**Mots clés:** Micro-ondes, aminonitriles, chlorure de chloroacéthyle.

# SYNTHÈSE, RÉACTIVITÉ ET ACTIVITÉS BIOLOGIQUES DES NOUVEAUX DÉRIVÉS DE PYRAZOLO[3, 4-*d*] PYRIMIDIN-4-IMINE

Amine karoui[a], Fatma Allouche[a], Fakher Chabchoub[a]

*[a)] Université de Sfax, Faculté des Sciences, Laboratoire de chimie appliquée, corps gras et polymères, 3000 Sfax, Tunisie.*

Les Pyrazolopyrimidines sont des composés hétérocycliques qui ont attiré un grand intérêt dans la chimie médicinale comme agents chimiothérapeutiques. Un large éventail d'activités biologiques a été découvert pour les dérivés du pyrazole et de la pyrimidine comme l'activité antibactérienne et l'activité antifongique. Dans ce travail, nous présentons une simple méthode de synthèse de nouveaux pyrazolo[3,4-*d*]pyrimidine-4-imine **2** par condensation d'aminocyanopyrazoles avec les lactames.

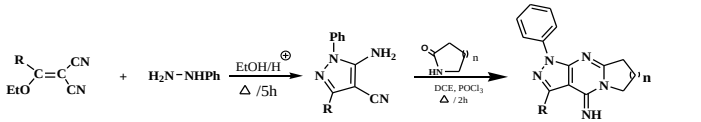



**figure 1**

Ces nouveaux pyrazolopyrimidines synthétisés **2** ont été évalués pour leur inhibition de la croissance des bactéries à Gram-positif (*Bacillus cereus*, *Staphylococcus aureus* et *Mycobacterium tuberculosis*) et les bactéries à Gram-négatives (*Salmonella typhimurium*, *Escherichia coli* et la levure *Candida albicans*). En particulier le 3-méthyl-*1N*-phényl-1,6,7,8-tetrahydropyrrolo[1,2-*a*]pyrazolo[3,4-*d*]pyrimidine-4-imine **2b** a présenté une forte activité antibactérienne contre toutes les souches testées, plus précisément contre les bactéries à Gram positif (*S. aereus* et *B. cereus*). En outre, Ce même composé **2b** a montré une intéressante activité antituberculeuse.

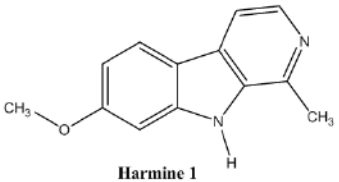
**Key words:** 5-amino-4-cyanopyrazole; pyrazolo[3,4-*d*]pyrimidin-4-imine; antimicrobial activity; antituberculosis activity

# Synthesis and pharmacological evaluation of new harmine derivatives

Insaf Filali[a], Jalloul Bouajila[b] and Hichem Ben Jannet[a]

[a]*Laboratoire de Chimie Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivité (CHPNR), Equipe Chimie médicinale et Produits Naturels, Département de Chimie Faculté des Sciences de Monastir, Université de Monastir*
[b]*Université Paul-Sabatier, Faculté de pharmacie de Toulouse, Laboratoire des Interactions Moléculaires et Réactivité Chimique et Photochimique UMR CNRS 5623, 118 route de Narbonne, F-31062 Toulouse, France.*

The *β*-carboline harmine (7-methoxy-1-methyl-9H-pyrido[3, 4-*b*]indole) is one of the main constituents of *Peganum harmala* seeds. This alkaloid has recently drawn increasing interest due to its diverse pharmacological and bioanalytical activities [1]. The phytochemical investigation of the alkaloid extract of the seeds of *P. harmala* has led to the isolation of the alkaloid, harmine **1** (4 g). From this natural molecule, a series of new hydrazones derivatives have been prepared using various aromatic aldehydes. Harmine **1** and the corresponding hydrazones were completely characterized by $^{1}$H NMR, $^{13}$C NMR and HRMS. The evaluation of the anti-acethylcholinesterase, anti-inflammatory, antioxidant and anticancer activities of harmine **1**and all its structural analogues was studied in vitro against the AChE, 5-lipoxygenase and Xanthine oxydase enzymes, HTC-116, MCF7 and OVCAR cancer cell lines. Very encouraging results were noted.




**Harmine 1**

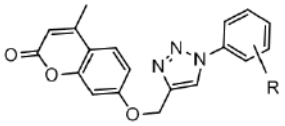
**References**
1. K Patel, M Gadewar, R Tripathi, Sk Prasad, Asian Pac J Trop Biomed 2012; 2(8):660-4.

# Synthesis, spectroscopic characterization and biological activities of some new coumarinc derivatives via cycloaddition reaction

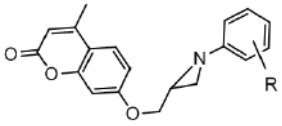
Marwa Zayane*, Anis Romdhane and Hichem Ben Jannet

*Laboratoire de Chimie Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivité, Equipe : Chimie Médicinale et Produits Naturels, Faculté des Sciences de Monastir, Université de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019, Monastir, Tunisie*
* marwa.zayane@yahoo.com.

The coumarin skeleton is found in many natural products and is also used as a synthetic intermediate for the preparation of numerous heterocyclic compounds, possessing various biological activities such as anti-inflammatory, anti-tubercular, antimicrobial and anticoagulant [1-3]. In this context, we were interested in the synthesis of novel coumarin compounds and we report here an efficient access to novel triazole (**1a-e**) and aziridine (**2a-e**) derivatives, via 1,3-dipolar cycloaddition reaction. Structures of these compounds were established on the basis of $^{1}$H NMR, $^{13}$C NMR and ES-HRMS analysis. All the synthesized compounds were evaluated for their in vitro anticoagulant activity and interesting results were obtained and discussed.




**1a-e**




**2a-e**

**Keywords:** 4-methylumbelliferone, coumarin derivatives, triazoles, aziridines, cycloaddition, anticoagulant activity

## References

[1] Y. Bansal, P. Sethi, G. Bansal, Med. Chem. Res. 2013 (22) 3049.
[2] T. Kawate, N. Iwase, M. Shimizu, S.A. Stanley, S. Wellington, E. Kazyanskaya, D.T. Hung, Bioorg. Med. Chem. Lett. 2013 (23) 6052..
[3] R. Nagamallu, A.K. Kariyappa, Bioorg. Med. Chem. Lett. 2013 (23) 6406.

# Synthesis and anti-cancer and anti-inflammatory activities of new isoxazole and aziridine derivatives from (-)-deltoin

Mansour Znati[a,b*], Hichem Ben Jannet[a], Sylvie Cazaux[b], JalloulBouajila[b]

[a]*Laboratoire de Chimie Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivité (CHPNR), Equipe : Chimie Médicinale et Produits Naturels, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Monastir, Université de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019 Monastir Tunisie.*
[b]*Université de Toulouse, Faculté de pharmacie de Toulouse, LaboratoiredesInteractions Moléculaires et Réactivité Chimique et Photochimique UMR CNRS 5623, Université Paul-Sabatier, 118 route de Narbonne, F-31062 Toulouse, France.*
*Znatimansour@yahoo.fr

Some plants containing coumarins are used in the form crude drugs for traditional medication such as *Ferula* species. Coumarins, naturally present in many plants, possess anticoagulant, antimicrobial, antioxidant, anti-inflammatory, antiallergic and anticancer properties [1]. *Ferula lutea*, belonging to the Apiaceae family, presents interesting phytochemical futures, as the occurrence of coumarins and furanocoumarins such as (-)-deltoin [2]. This secondary metabolite was cited to be a hepatoprotective, TNF-α inhibitor [3] and cytotocix against HCT-116 and HT-29 [2]. In view of the broad biological importance of (-)-deltoin**1**, we proposed to isolate it from the flowers of the Tunisian *F. lutea* and to investigate its behavior towards a series of arylnitrile oxides and azidobenzenes as a dipole. All products were identified by spectroscopic means ($^{1}H$, $^{13}C$ and HRMS). The anti-inflammatory (5-lipoxygenase inhibitory) and anticancer activities (HCT-116, IGROV-1 and OVCAR-3) of all the synthesized heterocyles were evaluated and the structure-activity relationship was also discussed.

**Key words:**(-)-deltoin; isoxazolines; aziridines; anti-inflammatory, anticancer.

**References**

[1] L. Wu, X. Wang, W. Xu, F. Farzaneh, R. Xu, Med. Chem.,16 (2009) 4236–4260.
[2] S. Ben Salem, A. Jabrane, F. Harzallah-Skhiri, H. Ben Jannet, Bioorg. Med. Chem. Lett., 23 (2013) 4248-4252.
[3] B. Özlem, S.Ç. Gülçin, Ö. Hanefi, D. Stefano, J.H. Karel Š, Fitoterapia, 82 (2011) 454-459.

# Synthèse électrochimique utilisant les bases électrogénérées et activités biologiques des 2-(1, 3-dithian-2-ylidène)-2-arylacétonitrile et 2 (1, 3-dithiolan-2-ylidène)-2-arylacétonitrile

Kaouthar Hamrouni[a], Taieb Saied[a,b], Khaled Boujlel[a] et Mohamed Lamine BenKhoud[a].

*a Laboratoire de Chimie Analytique et Electrochimie, FST,*
*b Département de Chimie et de Biologie Appliquées, INSAT*

L'intérêt des arylacétonitriles en synthèse organique est d'une importance croissante suite à leur utilisation comme intermédiaires dans la synthèse de molécules biologiquement actives telles que les antibiotiques. [1] En plus les cétènes dithioacétals fonctionnalisés sont bien connus comme intermédiaires polyvalents en synthèse organique. Des travaux récents ont utilisé ces substrats pour aboutir à des molécules connues pour leur effet anti-inflammatoire tels que les pseudopterosins. [2]

Dans ce travail, nous avons combiné ces deux fonctions pour synthétiser de nouveaux hétérocycles (figure 1). Ainsi l'utilisation des BEG (in situ) nous permet de synthétiser les 2-(1, 3-dithian-2-ylidène)-2-arylacétonitrile et 2 (1, 3-dithiolan-2-ylidène)-2-arylacétonitrile, hétérocycles qui ont montré des activités antibactériennes très intéressantes.

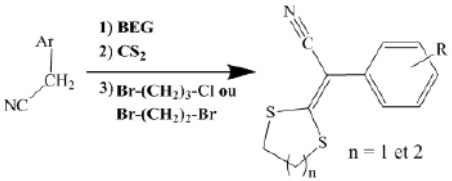



**Figure 1 :** Synthèses des dérivés arylacétonitriles par BEG

**Mots clés :** arylacétonitrile, cétènes dithioacétals, BEG, activité biologique, 2-(1, 3-dithian-2-ylidène)-2-arylacétonitrile,2(1,3-dithiolan-2-ylidène)-2-arylacétonitrile.

## Références

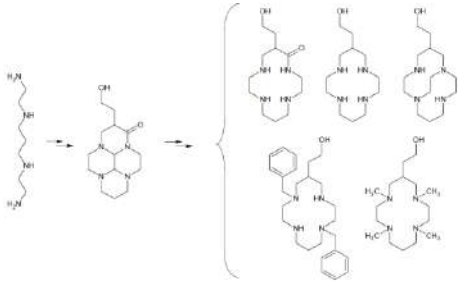
[1] Albrecht U, Gördes D, Schmidt E, Thurow K, Lalk M, Langer P. Bioorg. Med. Chem.2005;13:4402–4407.
[2] Zhao Y, Zhang W, Wang S, Liu Q. J Org Chem.2007;72:4985–4988.

# SYNTHESE DE LIGANDS *C*- ET *N*-FONCTIONNALISES DU CYCLAM

Ben Azzeddine C.[ab], Camus N.[a], Bernard H.[a]; Le Bris N.[a];
Tripier R.[a]; Raouafi N.[b], Boujlel K.[b].

*a) Université de Brest, UMR-CNRS 6521 /SFR148 ScInBioS,*
*UFR Sciences et Techniques, 6 Avenue Victor le Gorgeu, C.S. 93837, 29238 Brest, France.*
*b) Laboratoire de Chimie Analytique et Electrochimie, Faculté des Sciences de Tunis,*
*Université de Tunis El Manar, Campus universitaire de Tunis El-Manar, 2092 Tunis.*

Le cyclam ou 1,4,8,11-tétraazacyclotétradécane est connu pour ses propriétés complexantes intéressantes vis à vis de nombreux ions métalliques [1]. Ces caractéristiques font, des composés à base de cyclam, des ligands de choix pour diverses applications [2]. Ainsi, nous présenterons la synthèse de quelques dérivés du cyclam *C*- et *N*-fonctionnalisés [3].



La méthode de synthèse utilisée consiste à rigidifier la tétraamine linéaire de départ en formant un intermédiaire bisaminal qui est ensuite engagé dans une étape de cyclisation afin de former l'oxo-cyclam *C*-fonctionnalisé EtOH bisaminal, précurseur pour la synthèse de nombreux dérivés.
Les propriétés électrochimiques de ces ligands et de leurs complexes du Cu(II) et du Ni(II) seront ultérieurement étudiées en vue de les greffer sur électrode modifiée [4].

**Mots clés :** Cyclam, bisaminal, *C*-fonctionnalisation.

**Références**

[1] Delgado, R.; Felix, V.; Lima, L. M. P.; Price, D. W. Dalton Trans. 2007, 2734−2745.
[2] a) Bartholoma, M. D. Inorg. Chim. Acta 2012, 389, 36−51 ;
b) Pallavicini, P.; Dacarro, G.; Cucca, L.; New J. Chem., 2011, 35, 1198–1201.
[3] Camus, N.; Halime, Z.; Le Bris, N.; Bernard, H.; Platas-Iglesias, C.; Tripier, R. J. Org. Chem. 2014, 79, 1885−1899.
[4] Kashiwagi, Y.; Kikuchi, C.; Anzai J.; Journal of Electroanalytical Chemistry, Volume 518, Issue 1, 11 January 2002, Pages 51-55.

# SYNTHESE ET ETUDE DES PROPRIETES OPTOELECTRONIQUES DE NOUVEAUX MATERIAUX PI-CONJUGUES A STRUCTURE HELICOIDALE

Mourad Ben Braiek[a], Faouzi Aloui[a], Moncef Tounsi[b], Souad Moussa[a] et Béchir Ben Hassine[a]

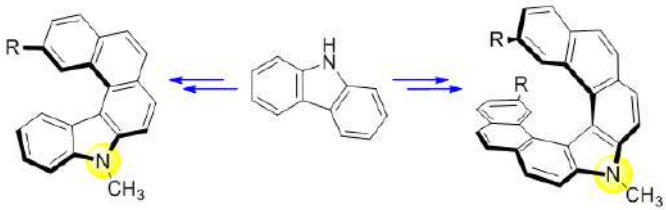
*[a)]Laboratoire de Synthèse Organique Asymétrique et Catalyse Homogène (01UR1201), Faculté des Sciences de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019 Monastir-Tunisie.*
*[b)]Laboratoire des Interfaces et des Matériaux Avancés (LIMA), Faculté des Sciences, Avenue de l'environnement, 5019 Monastir, Tunisie*
*e*-mail: mourad.benbraiek@gmail.com

Durant les dernières décennies, l'intérêt porté pour les matériaux pi-conjugués s'est accru au fur et à mesure que de nouvelles applications pour ce genre de molécules ont été découvertes. Les hélicènes, en particulier, possèdent d'excellentes propriétés optoélectroniques [1].

Dans cette perspective, le présent travail décrit la synthèse et l'étude des propriétés optiques et électrochimique de nouvelles molécules de type azahélicène.

La synthèse de ces matériaux a été réalisée avec de bons rendements *via* le couplage de Mizoroki-Heck [2], suivi par des photocyclisations oxydantes.

Leurs gaps inférieurs à 3,5 eV permettent de les classer comme étant des semi-conducteurs organiques.




## Références

[1] J.H. Burroughes, D.D.C. Bradley, A.R. Brown, R.N. Marks, K. Mackay, R.H. Fiend, P.L.Burn, A.B. Holmes, *Nature*, 347, 539 (**1990**).

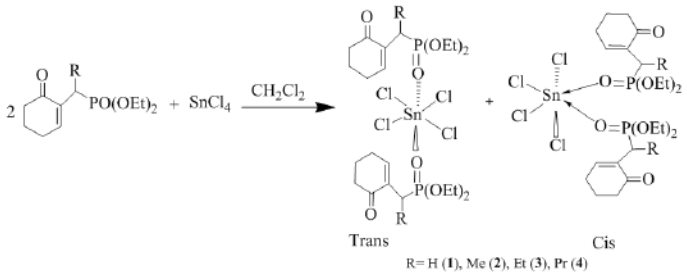
[2] (a) Ben Braiek, M.; Aloui, F.; Ben Hassine, B. Tetrahedron Lett. **2013**, *54*, 424-426; (b) Ben Braiek, M.; Aloui, F.; Moussa, S.; Tounsi, M.; Marrot, J.; Ben Hassine, B. *Tetrahedron Lett*. **2013**, *54*, 5421.

# SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND SOLUTION BEHAVIOR OF NEW TIN TETRACHLORIDE COMPLEXES WITH ALLYLIC PHOSPHONATES OF BAYLIS HILLMAN ADDUCTS-TYPE

Haitham Elleuch, M. A. K. Sanhoury and F. Rezgui

*Laboratoire de Chimie Organique Structurale : Synthèse et Etudes Physicochimiques, Université de Tunis El Manar, Faculté des Sciences, Campus Universitaire 2092-Tunis, Tunisie*

New octahedral complexes of the type $SnCl_4L_2$ (L = allylic phosphonate [1]) (**1-4**) were synthesized and characterized by multinuclear ($^1H$, $^{13}C$, $^{31}P$ and $^{119}Sn$) NMR spectroscopy. The NMR data show that these complexes exist in solution as a mixture of *cis* and *trans* isomers with the predominance of the latter form. Interestingly, the solution structure was confirmed by $^{119}Sn$ NMR spectra which show two triplets corresponding to the two isomers. The triplet feature is due to the coupling of the tin atom with two phosphorus nuclei, indicating that the metal is surrounded by two phosphonate ligands. Furthermore, the solution behavior of these complexes was studied by variable NMR temperature through metal-ligand exchange. The activation energies associated to this exchange were determined to be in the range 13.5-14.5 kcal/mol using the coalescence temperature method. On the basis of these results, the metal-ligand interaction was estimated and compared with closely related tin-phosphoryl complexes [2-4].




**Keywords:** Phosphonate, complexes, phosphonate ligands, coalescence temperature, tin phosphoryl complexes, Baylis Hillman adducts.

---

**References**

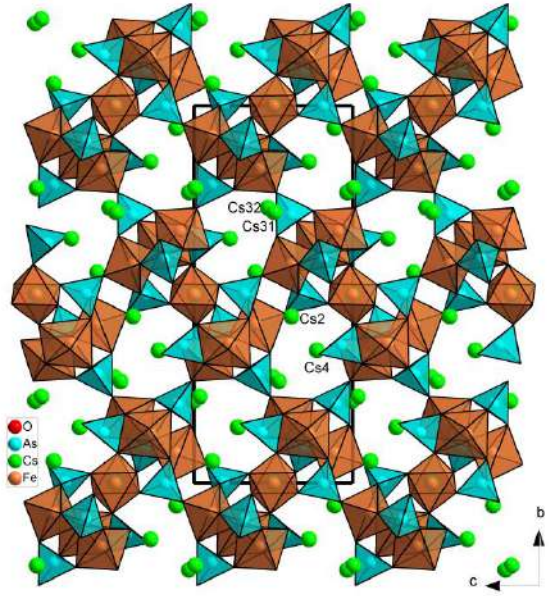
[1] H. Elleuch, F. Rezgui, results to be published.
[2] M. F. Davis, W. Levason, G. Reid, M. Webster, *Polyhedron* **2006**, *25*, 930–936.
[3] M. A. K. Sanhoury, M. T. Ben Dhia, M.R. Khaddar, *Inorg. Chim. Acta* **2009,** *362*, 3763-3768.
[4] M. A. K. Sanhoury, M. T. Ben Dhia, M. R. Khaddar, *J. Fluorine Chem*. **2013**, *146*, 15-18.

# Synthesis and Crystalline Structure of a new compound $Cs_7Fe_7O_2(AsO_4)_8$

Inès Fitouri, Chiraz Falah, Habib Boughzala

*Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis El Manar*

Rust single crystals of the cesium-iron arsenate $Cs_7Fe_7O_2(AsO_4)_8$ were prepared by solid state reaction and characterized by X-ray diffraction, infrared spectroscopy. The compound crystallizes in the monoclinic space group $P2_1/c$ with a =8.464(2) Å, b = 23.146(5) Å, c = 10.214(3) Å, β = 107.86(2)°, V =1904.5 ($Å^3$), Z = 2, R(F2) = 0.0376 and Rw(F2) = 0.0831. The anionic framework consists of infinite layers parallel to the ab plane, connected by bridges Fe-O-As to form a three dimensional structure having two types of intersecting channels along [100] and [001] directions where the cations $Cs^+$ housed.




**Key words:** crystals, X-ray diffraction, infrared spectroscopy.

# SYNTHESE, CHARACTERISATION ET ETUDE DU COMPORTEMENT THERMIQUE DES SELS DOUBLES HYDRATES $K_2M(SO_4)_2.6H_2O$ (M= Mg, Co, Cu)

A.Souamti[a,*], L. Zayani[a], J. Morales Palomino[b], M. Yosta Cruz[b], C. Pérez Vicente[b], D. Ben Hassen-Chehimi[a].

*a) Laboratoire d'Application de la Chimie aux Ressources et aux Substances Naturelles et à l'Environnement (LACReSNE), faculté des sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna, Tunisie.*
*b) Departamento Química Inorgánica e Ingeniería Química, Campus de Rabanales, Edificio Marie Curie, 14071-Córdoba- Spain.*
*Corresponding author: e-mail: souamtiahmed88@gmail.com - Tél : (00216) 28 533 244

La synthèse, la caractérisation et le comportement thermique des sels de Tutton $K_2M(SO_4)_2.6H_2O$ (M = Mg, Co, Cu) sont présentés. Ces doubles sels se cristallisent dans le système monoclinique, avec le groupe d'espace $P2_1/a$ (z = 2). Les paramètres de maille ont été affinés avec le logiciel " Affma".
Les spectres IR révèlent également les bandes caractéristiques de vibration des molécules d'eau et de sulfate. La thermogravimétrie (TGA), l'analyse thermique différentielle (DTA) et diffraction des rayons X à haute température montrent que la déshydratation de ces sels a lieu entre 75 et 200 ° C. La disparition complète de toutes les molécules d'eau se fait autour de 200 ° C. Un schéma de leur décomposition est proposé. Bien que les $K_2M(SO4)_2.6H_2O$ (M = Mg, Co, Cu) soient isostructural, ils ne présentent pas les mêmes étapes de décomposition.

**Keywords:** Sels de Tutton, Croissance cristalline, Spectroscopie IR, Analyse thermique, DRX à Haute Température.

# SYNTHESE, CARACTERISATION ET ETUDE DES PROPRIETES DECONDUCTION DES SELSHYDRATES $K_2Mg_{(1-x)}Zn_x(SO_4)_2.6H_2O$ ($0 \leq x \leq 1$)

R. KAHLAOUI, S. ATTIA SAIESS, R. TERNANE, D. BEN HASSEN CHEHIMI

*Laboratoire d'Application de la Chimie aux Ressources et Substances Naturelles et à l'Environnement,Université de Carthage, Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna Bizerte, Tunisie.*

Le présent travail s'inscrit dans le cadre du thème saumure développé dans notre laboratoire. L'objectif principal de ce thème est d'isoler des sels à haute valeur ajoutée utilisables dans l'industrie et en agronomie tel que les sels de potassium.

Nous nous sommes intéressés particulièrement d'une part à la synthèse et à la caractérisationphysico-chimiques des sels $K_2Mg_{(1-x)}Zn_x(SO_4)_2.6H_2O$ ($0 \leq x \leq 1$) et d'autre part au comportement électrique de trois sels anhydres $K_2Mg_{(1-x)}Zn_x(SO_4)_2.6H_2O$ (x=0 ; 0,6 ; 1).

Ces sels ont été obtenus par évaporation lente à la température de 298K, de solutions aqueuses diluées contenants les ions $Mg^{2+}$, $K^+$, $Zn^{2+}$et $SO_4^{2-}$ à différentes concentrations.

Des cristaux de forme prismatique et transparents ont pu ainsi être synthétisés.

Plusieurs techniques expérimentales ont été mises en œuvre pour identifier et caractériser ces sels.

L'étude par diffraction de rayons X et par spectroscopie d'absorption IR a montré que tous ces composés présentent la même structure qui est celle de la schoenite. Ils cristallisent dans le système monoclinique avec le groupe d'espace $P2_1/a$. L'affinement des paramètres de maille a montré que ces sels constituent une solution solide continue. Le volume de la maille augmente légèrement avec la valeur de x. Ceci peut être justifié par la faible différence de rayons entre le magnésium et le zinc.

Les propriétés de conduction électriques de $K_2Mg_{(1-x)}Zn_x(SO_4)_2$ à différentes températures ont été suivies par la technique d'impédance complexe. Les valeurs des conductivités et des énergiesd'activation des sels $K_2Mg_{(1-x)}Zn_x(SO_4)_2$ (x=0 ; 0,6 ; 1) sont déduites respectivement des diagrammes de Nyquist et des courbes d'Arrhénius. La conduction de ces matériaux est activée thermiquement. Les conductivités ainsi que les énergies d'activation de ces sels augmentent quand le pourcentage du sel en ions $Zn^{2+}$ augmente.

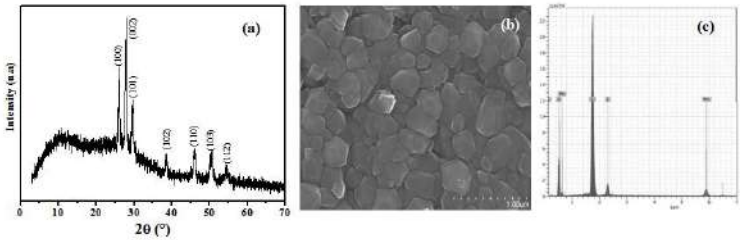
# PREPARATION OF MANGANESE SULFIDE (MnS) THIN FILMS BY CHEMICAL BATH DEPOSITION: APPLICATION OF THE EXPERIMENTAL DESIGN METHODOLOGY

A. HANNACHI[a,b], N. RAOUAFI[a],
A. SEGURA[b] AND H. MAGHRAOUI-MEHERZI[a]

[a] *Laboratoire de Chimie Analytique et d'Electrochimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, 2092 Tunis El-Manar, Tunisia.*
[b] *MALTA-Consolider Team, University of Valencia, Burjassot, Spain.*

MnS is a VII–VI diluted magnetic semiconducting material ($E$g = 3.1 eV) that has potential applications in short wavelength optoelectronic devices[1,2].Pureγ-MnS thin films have been deposited on glass slides by chemical bath deposition (CBD). The influence of principal experimental parameters on the thickness were investigated using the experimental design methodology.

The X-ray diffraction patterns show that the films are polycrystalline with a hexagonal structure of pure γ-MnS and preferential orientation in the (002) plane. The scanning electron microscope images show a well covering of MnS thin films surfaces which consist of hexagonal or spherical grains and the presence of Mn and S in all samples was confirmed by elemental analysis performed by energy-dispersive X-ray analysis.




**Figures:** (a) XRD pattern,(b) SEM image and (c) EDX chemical analysis of γ-MnS obtained under optimal conditions.

**Keywords:**Thin Films; MnS; CBD; Factorial Designs; Doehlert Matrix.

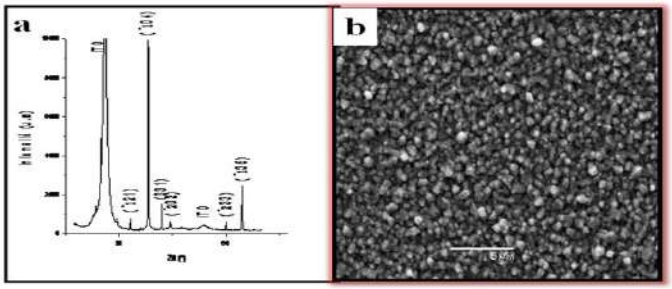
[1]C. Gümüş, C. Ulutaş, R. Esen, O.M. Özkendir, Y. Ufuktepe,*Thin solid films*, **492**,1 (2005).
[2]D. Fan, H. Wang, Y. Zhang, J. Cheng, B. Wang, H. Yan, *Mater. Chem. Phys.*,**80**, 44 (2003).

# ELABORATION DE COUCHES MINCES DE SULFURE D'ARGENT PAR ELECTRODEPOSITION

E.Belarbi, H.Maghraoui-Meherzi

*Laboratoire de chimie analytique et d'électrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences, Université Tunis El-Manar, 2092, Tunisia,*
Email : belarbi.eya@gmail.com

Le sulfure d'argent ($Ag_2S$) est un matériau qui appartient au groupe I-VI des sulfures métalliques des semi-conducteurs. Dans ce travail, des couches minces d'$Ag_2S$ ont été déposées sur une électrode d'ITO par électrodéposition à partir d'une solution contenant un mélange de nitrate d'argent et de thiosulfate de sodium à température ambiante. La méthodologie des plans d'expériences a été utilisée afin d'optimiser les différents paramètres de dépôt à savoir : la concentration en ion argent et le temps de dépôt. La caractérisation par DRX montre une structure monoclinique [1] avec une orientation préférentielle ($\bar{1}04$) (**Fig.a**). L'analyse de la surface par MEB montre une morphologie granulaire et une surface assez bien homogène (**Fig.b**) [2]. L'exploitation des spectres de transmission et de réflexion nous a permis de déterminer l'énergie de gap évaluée à 1,1 eV. La spectroscopie d'impédance électrochimique montre une surface conductrice [3] dû à la diminution de la résistance de transfert de charge d'une électrode nue à une électrode modifiée.




Figures (a) DRX et (b) MEB.

**Mots-clés:** Semi-conducteurs, électrodéposition, couches minces, sulfure d'argent.

**Références**

[1] T. Ben Nasr, H. Maghraoui-Meherzi, H. Ben Abdallah, R. Bennaceur, Solid State Sci., 26 (2013) 65.
[2] X. Guo, S. Cheng, P. Lu, H. Zhou, Mater. Sci. Forum, 663-665 (2011) 910.
[3] S. Omeiri, B. Hadjarab, M. Trari, Thin Solid Films, 519 (2011) 4277.

# EFFECT OF PRESSURE ON MICROSTRUCTURE OF RECYCLED ALUMINUM ALLOY PREPARED BY SQUEEZE CASTING

Amal Cherif, Mohamed Khitouni

*Laboratory of Inorganic Chimestry, UR-11Es-73, FSS, University of Sfax, B.P. 1171, 3018-Sfax, Tunisie*

The present study investigated the effect of pressure variation during squeeze casting on the microstructural properties of recycled aluminum alloy. A compromise between microstructural and mechanical properties was found taking into account the effect of cooling rate. The pressures applied during solidification were 50, 75, 100 and 150MPa. The external pressure of 100MPa results in optimal microstructural characteristics and mechanical properties. The grains size decreases due to the intense germination and the fast cooling and the micropores become small and few. Consequently, a high value of Vickers hardness is noted around 39 Hv. Subsequent heat treatments could increase the proportion of fine structure and improve the mechanical behavior of the alloy.

**Key words:** Squeeze casting, Cooling rate, Microstructure, Mechanical proprieties.

# ETUDE PHYSICO-CHIMIQUE DES COMPOSES DE TYPE HYDROTALCITE ET APPLICATION CATALYTIQUE

M. Aloui[a], S. Ghorbel[a], M.G. Alvarez[b], A.M. Segarra[b], M.Saïd Zina[a], F. Medina[b]

*[a]Laboratoire de chimie des matériaux et catalyse, Département de chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire 2092 El Manar, Tunis-Tunisie.*
*[b]Laboratoire de catalyse hétérogène, Département de Génie Chimique, Université de Rovira I Virgili, 43007 Tarragona, Spain.*

Les composés de type hydrotalcites sont des hydroxydes doubles lamellaires possédant des propriétés attrayantes. Ils ont suscité un intérêt considérable dans un large éventail d'applications aussi bien industrielles que médicales.

Nous rapportons dans la présente communication, une étude physico-chimique des composés de type hydrotalcites synthétiques contenant des cations di et trivalents, par divers techniques d'analyse à savoir la diffraction des rayons X (DRX), la spectroscopie Infrarouge à Transformé de Fourier (FTIR), l'analyse thermique (TG/ATD), la microscopie électronique en transmission (MET) et la physisorption d'azote (BET).

Le traitement thermique de ces catalyseurs engendre des modifications notables au niveau de la structure et la texture des hydrotalcites et aboutit à des oxydes mixtes.

Ces catalyseurs ont été testés dans la réaction de formation du carbonate de glycérol à partir du glycérol et l'urée. Le choix des réactifs est bénéfique de point de vue valorisation des déchets du glycérol et l'utilisation indirecte du dioxyde de carbone. A basse pression, nous avons réussi à obtenir une bonne activité catalytique dans le cas du catalyseur bimétallique réhydraté ainsi que pour des hydrotalcites trimétalliques non calcinés.

# Synthesis, structural and electrical properties of $[C_7H_{10}NO]_2\ SnCl_6\ .\ 2H_2O$

Sahel KAROUI (1), Slaheddine KAMOUN (1)

*(1)Laboratoire génie de matériaux et environnement, ENIS, BP.1173,3038- Sfax, Université de Sfax, Tunisia.*
E-mail author : karouisahel@yahoo.fr

Synthesis, structural and electrical properties are given for a new organic stannous halide material. The structure of the $[C_7H_{10}NO]_2\ SnCl_6.\ 2H_2O$ reveals that the $[SnCl_6]^{2-}$ dianion, located on an inversion center, exhibits a highly distorted octahedral coordination environment. These chains are them selves interconnected by means of O—H…Cl, N—H…Cl and N—H…O hydrogen bonds consolidate the packing, which can be described as consisting of alternating anionic (containing dianions and lattice water molecules) and cationic layers parallel to ab plane. [1,2]. The AC electrical conductivity and the dielectric relaxation properties of the $[C_7H_{10}NO]_2\ SnCl_6.\ 2H_2O$ compound have been investigated by means of impedance spectroscopy measurements over a wide range of frequencies and temperatures, 20 kHz–2MHz and 275–330K, respectively. Besides, a detailed analysis of the impedance spectrum suggested that the electrical properties of the material are strongly temperature dependent. Nyquist plots (Z' versus Z") are well fitted to an equivalent circuit model which consists of a parallel combination of a bulk resistance Rb and constant phase elements CPE. The frequency-dependent conductivity data were fitted in the modified power law [3]: $\sigma(\omega) = \sigma_{dc} + A\omega^n$
The nature of variation of DC conductivity suggests Arrhenius type of electrical conductivity. Furthermore, the modulus plots can be characterized by full width at half height or in terms of a non-experiential decay function $\Phi(t) = \exp(-t/\tau)^{\beta}$. Besides, the activation energy responsible for relaxation has been evaluated and found to be close to the DC conductivity.

**Key words:** Synthesis, halide, AC electrical conductivity, DC conductivity

[1] S. Karoui, S. Kamoun et F. Michaud, *Acta Crystallographica Section E*, 69, 187–188, **(2013).**
[2] Hassen Chouaib, Sahel Karoui, Slaheddine Kamoun and Francois Michaud, *Acta Crystallographica Section E*, 69, m678–m679, **(2013).**
[3] A. K. Jonscher, *Nature*, 267-673, **(1977)**.

# Elaboration de charbons actifs à base de lignite, grignons d'olive et noyaux de datte : Etudes des propriétés adsorbantes.

Khaled Mahmoudi, Noureddine Hamdi, Ezzedine Srasra

*Centre National de Recherche en Science des Matériaux,*
*Technopole de Borj Cedria 95-2050 Tunisie.*
E-mail: mahmoudikhaled1984@gmail.com; hamdinoureddine@yahoo.fr;
Srasra.Ezzedine@inrst.rnrt.tn

Cette étude a pour objectif de préparer des charbons actifs à partir de précurseurs lignocellulosiques (Lignite, noyaux de datte et grignons d'olive). Ces charbons sont obtenus par réaction solide-solide de poudre de lignite, de grignons d'olive et de noyaux de dattes avec de chlorure de zinc avec rapport solide/solide égale à 2. Les températures d'activation optimisées sont de l'ordre de 400°C pour les charbons actifs à base de grignons d'olive et noyaux de datte et de 450°C pour le charbon actif à base de lignite.

Les charbons actifs préparés présentent de surfaces spécifiques et des porosités importantes. Les résultats obtenues par microscopie électronique à balayage montrent que les trois charbons synthétisés ont une texture essentiellement microporeuse. Les volumes des pores et les surfaces spécifiques obtenus sont de l'ordre de 0,39, 0,57 et 0,91 $cm^3/g$ et 600, 740 et 1380 $m^2/g$ respectivement pour les charbons actifs à base de lignite, grignons d'olive et noyaux de dattes.

L'étude de la cinétique d'adsorption de bleu de méthylène a montré que l'équilibre d'adsorption est atteint au bout de 8 heures et que la cinétique est de deuxième ordre. Les capacités maximales d'adsorption estimée sont respectivement de 454,5 ; 333,33 et 312 $mg.g^{-1}$ pour les charbons actifs à base de noyaux de dattes, lignite et grignons d'olives.

Les capacités d'adsorptions des charbons actifs dépendent de propriétés physico-chimiques résultantes des adsorbats. Les groupements fonctionnels existants à la surface sont constitués essentiellement de fonctions acides de forces variables responsables des phénomènes d'adsorption.

Il s'avère que nos résultats expérimentaux s'ajustent bien avec le modèle de Langmuir, le coefficient de corrélation $R^2$ est de l'ordre de 0,99.

**Mots clés :** charbon actif, adsorption, bleu de méthylène.

# Synthèse et caractérisation des catalyseurs à base d'argiles pontées et imprégnées au manganèse : Application dans l'oxydation de CO.

Mouldi DHAHRI[a], Najoua FRINI-SRASRA[a,b]

*[a-] Laboratoire de Physico-Chimie des Matériaux Minéraux et leurs Applications, Centre National des Recherches en Sciences des Matériaux, Technopole Borj Cédria, Tunisie*
*[b-] Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, 1060 Tunis, Tunisie*

Les argiles pontées constituent une nouvelle famille de matériaux microporeux actifs utilisés principalement comme catalyseurs et supports de catalyseurs.

Dans ce cadre nous avons synthétisé des argiles pontées aluminium et pontées aluminium manganèse par sonification. Les argiles, purifiée sodique et pontée aluminium, sont utilisées comme supports de catalyseur par imprégnation à humidité naissante à l'oxyde de manganèse (2% et 10% en masse).

La caractérisation des différents catalyseurs par DRX, Analyse chimique, BET, MEB et TPR, montre une augmentation de la distance basale une amélioration des propriétés texturales (création d'une microporosité et d'une augmentation de la surface spécifique) des échantillons pontées. L'imprégnation entraine une légère diminution de la surface et de la porosité.

Les catalyseurs synthétisés sont utilisés dans la réaction d'oxydation de monoxyde de carbone. Les résultats montrent que l'activité catalytique diffère selon la nature du catalyseur. Le taux de conversion de CO est de 27% en présence de l'argile pontée Al. L'introduction du manganèse par pontage ou par imprégnation améliore le taux de conversion de CO pour atteindre 100% en présence de l'argile pontée Al et dopée 10% $MnO_2$.

Malgré sa faible teneur en $MnO_2$ (inférieur 0,5%), l'argile pontée mixte Al-Mn présente une activité de l'ordre de 50% similaire à celle de l'argile pontée Al et dopée 2% $MnO_2$.

**Mots clés** : argile pontée ; catalyseurs supportés manganèse ; oxydation de CO

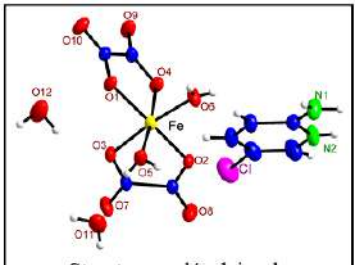
# Synthèse, étude structurale et caractérisation du composé : $(C_5H_6ClN_2)[Fe(ox)_2(H_2O)_2].2H_2O$

Jawher Abdelhak[a], Amani Naouar[b], Badiaa Essghaier[b], Najla Sadfi-Zouaoui[b], Mohamed Faouzi Zid[a]

*[a)] Laboratoire de Matériaux et Cristallochimie, Département de chimie, Faculté des Sciences, 2092 El Manar, Tunis.*
*[b)] Laboratoire Microorganismes et Biomolécules Actives, Faculté des Sciences, 2092 El Manar, Tunis.*

De nombreux complexes d'oxalate ont été synthétisés et étudiés en raison de leurs larges applications dans divers secteurs [1,2].

Le composé étudié a été préparé à la température ambiante sous forme de monocristaux. Il cristallise dans le système Triclinique, du groupe d'espace P-*1*. En fin d'affinement, les facteurs de reliabilités R(F) et Rw($F^2$) convergent respectivement aux valeurs 0,043 et 0,125.



Structure moléculaire de $(C_5H_6ClN_2)[Fe(C_2O_4)_2(H_2O)_2].2H_2O$

La structure peut être décrite comme une succession, de deux couches anioniques formées à partir du complexe $[Fe(C_2O_4)_2(H_2O)_2]^-$ et des molécules d'eau libres, entre lesquelles s'insèrent les cations organiques $(C_5H_6ClN_2)^+$. La cohésion de la structure étant assurée par des liaisons hydrogène fortes et des interactions de Van Der Waals conduisant ainsi à une charpente tridimensionnelle centrosymétrique.

L'étude structurale de ce matériau est complétée par sa caractérisation au moyen d'autres techniques, telle que la spectroscopie IR et UV-vis, l'analyse thermique et la susceptibilité magnétique. En particulier, nous avons cherché à estimer le potentiel d'activité antimicrobienne du composé synthétisé in vitro contre les micro-organismes tels que des bactéries Gram-positif et Gram- négatif, des levures et des champignons.

**Mots Clés :** Structure, complexe de fer, méthodes spectroscopiques, propriétés magnétique, activités antimicrobienne et antifongique

**Références :**

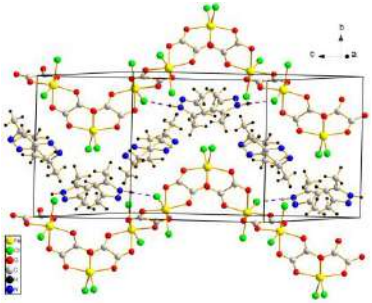
[1] A. Haikarainen, J. Sipilä, P. Pietikäinen, A. Pajunen, I. Mutikainen, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, **2001,** 991-995.
[2] M. Ferbinteanu, H. Miyasaka, W. Wernsdorfer, K. Nakata, K.I. Sugiura, M. Yamashita, C. Coulon, R. Clérac, *J. Am. Chem. Soc.*, **2005**, 127, 3090-3099.

# Oxalate-bridged binuclear iron(III) complex of 3,5-dimethylpyrazole ligands: synthesis, structure, spectral and electrochemical properties

Wafa Selmi . Jawher Abdelhak. Mohamed Faouzi Zid & Ahmed Driss

*Laboratory of Materials and Crystallochemistry, Faculty of Science, El-Manar University, 2092 Tunis, Tunisia.*
E.mail:Selmiwafa88@gmail.com

A new binuclear iron(III) complex has been synthesized and characterized by physico-chemical methods. The compound $[Fe(oxalato)Cl_2]_3(3,5\text{-dimethylpyrazole})_2(3,5\text{-dimethylpyrazolium})_2$ has been prepared by slow evaporation at room temperature and its structure was elucidated using single-crystal X-ray diffraction. The compound crystallizes in the monoclinic system, C2/c space group, with cell parameters a=19.527(1)Å, b=11.867(1)Å, c=19.429(1)Å, β=115.66°, V=4058.20(5), Z=4, R[I>2σ(I)]= 0.0531, *wR*(*F*2)[*I*>2σ(*I*)]= 0.1630. The oxalato-bridged heterobimetallic compound has been characterized by IR and UV–visible spectroscopy and cyclic voltammetry analysis. In crystal, the metal Fe(III) ions are six-coordinated by four oxygen atoms from two bischelating oxalate ligands [1,2] and the two terminal $Cl^-$ ions. The crystal structure analysis reveals that the structure can be described as a succession of anionic $[Fe(ox_2)Cl_2]^-$ ribbon ″en zigzag 1-D″ [3] which are inserted between them rangs comprising of organic cation $(C_5H_9N_2)^+$ and molecules $(C_5H_8N_2)$. Structural cohesion is established essentially by $\pi$–$\pi$ interactions between the rings of dimethylpyrazole and intermolecular N-H···Cl hydrogen bonds connecting the ionic entities and the organic cation, thus forming a three-dimensional framework. The iron center in the complex undergoes quasi-reversible electrochemical oxidation at low potentials owing the stability of the as-prepared complex.



View of the molecular structure of $[Fe(ox)Cl_2]_3(C_5H_9N_2)_2(C_5H_8N_2)_2$, showing the hydrogen bonds between the layers.

**Keywords**: Iron(III) complexes, 3,5-dimethylpyrazole, crystal structure, UV-visible spectroscopy, cyclic voltammetry.

[1] Z. Zhang, D. L. Shao, Z. R. Geng, Z. L. Wang, Z. Anorg, Allg. Chem. 638 (2012) 821.
[2] T. Fujino, Y. Hoshino, S. Igarashi, Y. Masuda, Y. Yukawa, Inorg. Chim. Acta. 357 (2004) 11.
[3] D. Armentano, F. T. Mastropietro, D. G. Munno, P. Rossi, F. Lloret, M. Julve, Inorg. Chem. 47 (2008) 3772.

# Structural and Magnetocaloric Properties of $Pr_{0.6}La_{0.1}Ba_{0.3}Mn_{1-x}FexO_3$ Manganite Prepared by Sol Gel Method

Sana Zouari [a,*], M. Kahn [b], M. Ellouze [a], ·and F. Elhalouani [c]

*a Faculty of Sciences of Sfax, University of Sfax, B.P. 1171, Sfax 3000, Tunisia*
*b Laboratoire de coordination chimie, 31077, Toulouse Cedex 4, France*
*c National Engineering Schools of Sfax, B.P.W, Sfax 3038, Tunisia*
zouari_sana85@yahoo.fr

Nanopowders of $Pr_{0.6}La_{0.1}Ba_{0.3}Mn_{1-x}Fe_xO_3$ (with x = 0, 0.1 and 0.2) were prepared by the Sol Gel method. Rietveld refinement of X-ray powder diffraction result shows that the samples are single-phase with P nma space group. Transmission Electron Microscopy shows that the grains are homogenous and most of their sizes are less than 100 nm. Magnetic measurements showed that the samples exhibit a ferromagnetic to paramagnetic transition. The magnetic entropy changes $|\Delta S_M|$ have been deduced by the Maxwell relation method. The maximum values of the magnetic entropy changes $|\Delta S_M|$ obtained from the *M (H)* plots data are found to be 1.43, 0.5, 0.2 J/kg.K for an applied magnetic field of 2 T.

**Keywords:** Nanopowders, · Sol gel method, Structural, Magnetocaloric effect

# Synthesis and Characterisation of Activated Carbon from Biomass Pine Cone and Its Application in the Removal of Congo Red Dye from Aqueous Solution by Adsorption.

Besma El Mabrouk[a], & Mourad BENZINA[b]

*Laboratory of Water-Energy-Environment (LR3E), Code: AD-10-02,*
*National School of Engineers of Sfax,*
*University of Sfax, BP W, 3036 Sfax, Tunisia*
[a] E-mail addresse: mabroukbesma87@gmail.com

This study was undertaken to synthesise a novel activated carbon from Aleppo pine cone and to investigate its effectiveness in the removal of anionic dye Congo red from aqueous solution. The synthesised activated carbon was characterized by Fourier transform infrared and different physical properties, such as bulk density, CHNS analysis, carbon yield, particle size and Brunauer-Emmett-Teller surface area were also determined. Batch adsorption study showed that the amount of adsorption depends on various physic-chemical process parameters, such as solution pH, dye concentration, temperature and adsorbent dose. Furthermore, pseudo-first-order, pseudo-second-order were fitted to examine the adsorption kinetic of adsorption. Equilibrium data were fitted with Langmuir, Freundlich and Temkin adsorption isotherm models. Thermodynamic parameters such as $\Delta G^0$, $\Delta S^0$ and $\Delta H^0$ were also calculated.

**Key words:** Pine cone, Activated carbon, Congo red, Adsorption, Isotherm.

# Study of $CaCO_3$ scale inhibition effect of sodium polyacrylate and sodium-tripolyphosphate

Hamdi, R [a], Ben Amor, M [a], Tlili, M.M [a].

[a)] *Laboratoire de Traitement des Eaux Naturelles, Centre des Recherches et Technologies des Eaux, Technopole Borj Cédria, BP 273 Soliman 8020, Tunisie*

Calcium carbonate, $CaCO_3$, is an abundant substance that can be created in several mineral forms by the reaction of dissolved carbon dioxide in water with calcium ions. It is one of the most common scale components that affect daily life, industry, and technology. Therefore, chemical water treatment using inhibitors are applying to retard the formation of precipitates in the natural waters exploitation systems. Sodium Polyacrylate (RPI2000) and Sodium-Tripolyphosphate (STPP) are known to be efficient scaling inhibitors. The anti-scaling performance of STPP and RPI2000 was compared using the FCP (Fast Controlled Precipitation) method. Using this method, the precipitation occurs following a pH increase, by dissolved $CO_2$ degasification, after contact air/water. Some modifications were made to the FCP method to control the $CO_2$ degasification rate. During the scaling tests, resistivity, pH and calcium content were recorded. Studied solutions were calco-carbonic waters prepared by dissolving pure $CaCO_3$ in distilled water under $CO_2$ bubbling. The effects of inhibitors on precipitation threshold, nature of precipitation and scale inhibition efficiency were investigated. Results shown that nucleation time and supersaturation coefficient increase as dosages of the two scale inhibitors increase. With closing-cell, the nucleation time was highly delayed. The addition of scale inhibitors orientate the adhesion of the formed nuclei of $CaCO_3$ on the walls with depends on that in volume. The greater the concentration of scale inhibitors, the better its inhibition efficiency.

**Key words:** Calcium carbonate, nucleation, inhibitor, STPP, RPI2000.

# Synthesis and characterization of a kaolinite Tunisian based geopolymer cement

A. NMIRI[a] E. SRASRA[b, *] N. HAMDI[b]

[a]*Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis El Manar*
[b]*Laboratoire Physico-chimique des Matériaux Minérales et leurs Applications*
*Centre national des recherches en science des matériaux, Borj Cedria Techno-Park*
*B.P.73 – 8020, Soliman, Tunisia*

In the present work we sought to determine the most convenient calcination temperature of kaolin clay for a more reactive metakaolin and to determine the most suitable KOH and NaOH concentration to produce geopolymer cements with good mechanical performance requires energy less consumption and has less $CO_2$ broadcasts, which would play the role of a construction material able to replace the Portland cement.. The primary raw material used in this project is kaolin collected from Tabarka (Tunisia). It was characterized by X-ray diffraction, infrared spectroscopy and thermal and chemical analysis. Then kaolinic fractions calcined between 550 and 1100 ° C, were treated by potassium hydroxide and sodium hydroxide. Hardened samples were characterized by determining their compressive strength, density, porosity and water absorption. Consequently the various physical properties reached optimum values for a temperature of 700 ° C and base concentration in the range of 13 M and decrease for higher temperature and concentrations. This decrease accompanying a decrease in the compressive strength is result to two main factors:

- The crystallization of metakaolin at temperature above 700 ° C which causes a decrease in its ability to react with the basic solutions.
- The formation of carbonate (efflorescence) on sample surface between excess KOH or NaOH and atmospheric $CO_2$ which induces the formation of cracks in the cured samples and thus its degradation.

**Key words:** Geopolymer, Kaolin, Calcination, Metakaolin, Alkaline solutions, Mineralogy

## References

[1] Y. Deng, G. White et J. Dixon, «Effect of structural stress on the intercalation rate of kaolinite,» *colloid and Interface Science*, vol. 250, pp. 379-393, 2002.
[2] K. Komnitsas et D. Zaharaki, «Geopomymereisation: a review and prospects for minerals industry,» *Minerals engineering*, vol. 20, pp. 1261-1277, 2007.
[3] S. Martin et J. Kenneth Mackenzie, «Microstructure of soduim polysialate silixo geopolymer,» *Ceramics International*, vol. 31, pp. 433-437, 2005.
[4] A. Chakchouk, B. Samet et T. Mnif, «Study on the potential use of Tunisian clays as Pozzolanic material,» *Applied Clay Science*, vol. 33, pp. 79-88, 2006.
[5] L. Weng et K. Sagoe-Crentsil, «Dissolution processes, hydrolysis and condensation reactions during geopolymer synthesis: Part I—Low Si/Al ratio systems,» *Materials Science*, vol. 42, pp. 2997-3006, 2007.
[6] J. Davidovits, «Properties of geopolymer cements. In: First international conference of alkaline cements and concretes,» Kiev, Ukraine, 1994.

# Elaboration et caractérisation des couches minces d'$AgSbS_2$ par CBD

N. Hosni, H. Maghraoui-Meherzi et M.Dachraoui

*Laboratoire de chimie Analytique et Electrochimie, Département de chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, 2092 Tunis El Manar, Tunisie.*

Le présent travail a pour objectif le dépôt et la caractérisation des couches minces d'$AgSbS_2$ par la technique CBD. En première étape on réalise le dépôt des couches minces de $Sb_2S_3$[1], ensuite ces films sont trompés dans une solution de nitrate d'argent. L'optimisation des propriétés semi-conductrices nous a amené à étudier plusieurs paramètres de dépôt.Cette étude a été approfondie par l'exploitation d'une méthodologie de recherche expérimentale selon l'approche de Doehlert. Suite à la variation des conditions opératoires, l'analyse par DRX des couches élaborées sont caractéristiques d'$AgSbS_2$, d'orientation principale selon le plan réticulaire (3 1 4) (Fig1.a). L'étude par MEB de la surface des films élaborés montre deux zones, une première zone présente des grains de forme sphérique et une deuxième formée par des agglomérats de taille variés (Fig.1.b). L'exploitation des mesures optiques des spectres de transmission et de réflexion nous a permis de déterminer le gap (Eg) (Fig.1.c), qui varie de 1,71 à 2 eV selon les conditions opératoires[2].

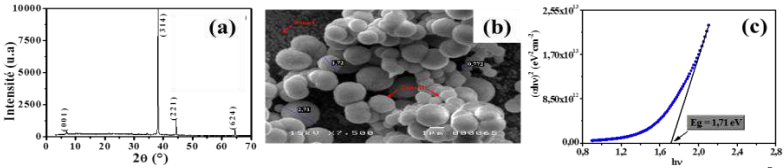



**Fig.1 :** (a) Diffractogramme de rayons X, (b)Micrographies MEB, (c) Variation de $(\alpha h\nu)^2$ en fonction de hν de couches mince d'$AgSbS_2$.

**Mots clé:** Semi-conducteurs, couches minces, $Sb_2S_3$, $AgSbS_2$.

[1] H. Maghraoui-Meherzi, T. Ben Nasr, N. Kamoun, M. Dachraoui, *Physica B*,**405** (2010) 3101.

[2] Y.-R. Ho, M.-W. Lee, *Electrochem. Commun.*,**26** (2013) 48.

# Preparation and characterization of doped TiO2 with non-conventional way for the degradation of organic pollutants in the aquatic solution

Ghoudi fayrouz, Houas Ammar

*Faculty of Sciences - Gabés*

This study focuses on the synthesis and characterization of pure titanium oxide and doped with a non-conventional method due to the presence of two types of activated carbon (F400 and CECA 1240) by the sol-gel method. Active carbon is used first without treatment and then calcined at 700 ° C hang two hours. A study of the adsorption and the overall degradation of the template molecule (cytarabine) is first made. The most efficient catalysts under UV were selected for physicochemical characterization. Two investigative techniques were used: XRD and BET measurement. XRD showed that pure TiO2 is formed by the rutile phase only, so the presence of the activated carbon in the preparation causes the appearance of the anatase phase.

BET measurement demonstrates that the presence of activated carbon increases the specific surface of the solid according to the type of added carbon. At the end, a demonstration of the influence of certain reaction parameters (photon flux of the lamp, initial concentration of pollutant mass of the catalyst, pH of the solution) was carried out.

# ELECTROCHEMICAL DEPOSITION OF MANGANESE DIOXIDE ON CARBON COATED SUBSTRATE FOR THIN LITHIUM-ION BATTERY APPLICATIONS

Yafa Zargouni [a, b ,c, d], D. J. Cott [b], Aleksandar Radisic [b], Stella Deheryan[b, d]
Khaled Alouani [c], Philippe M. Vereecken [b,d]

[a)] *KACST-Intel Consortium Center of Excellence in Nano-Manufacturing and Applications (CENA), Riyadh 11442, Saudi Arabia*
[b)] *IMEC, Leuven 3001, Belgium*
[c)] *Laboratoire de Chimie Analytique et Electrochimie, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis EL Manar, 2092, Tunis, Tunisie*
[d)] *Centre for Surface Chemistry and Catalysis, Leuven University, Leuven 3001, Belgium*

The electrochemical deposition of $MnO_2$, as an electrode material, was studied on Pt coated silicon substrate. However, for a cost-effective process, an alternative to Pt must be identified [1].TiN was presented as such alternative for the electrolytic manganese dioxide (EMD) deposition. Nevertheless, the process was limited by TiN oxidation during deposition which in turn limited the thickness of the EMD film. In this work, we introduce plasma enhanced chemical vapor deposition (PECVD) carbon coating onto the TiN coated silicon substrate to protect it from oxidation and make use of a technologically relevant current collector for battery applications. EMD thin films were anodically deposited from an electrolyte solution of $MnSO_4$ in $H_2SO_4$, on the carbon-coated TiN substrate. The physical characterization of $MnO_2$ films was investigated by SEM, RBS and XRD techniques .Since EMD is used as cathode material for Lithium-ion Batteries, its electrochemical performance was studied and reversible insertion and extraction of $Li^+$ was observed indicating a good electroactivity of EMD. Such electrode material can be also used in 3D Lithium-ion Batteries [2] which gain a considerable interest recently because of their high performance comparing to 2D battery structures.

**Key words:** EMD, electrochemical deposition, Lithium-ion Battery

## References

[1] Ahmed Etman, Alexander Radisic, Mahmoud M. Emara, Cedric Huyghebaert, And Philippe M. Vereecken, *J. Phys. Chem. C*, 118 (19), 9889–9898 (2014).
[2] M. Armand and J. -M. Tarascon, *Nature*, 45, 652-657(2008).

# A new Model to Predict the Acidity and Reactivity for Silanol and Carbons acids

HARRATH KARIM[a], BOUGHDIRI SALIMA[a]

*[a)] Research Unity of physico-chemical analysis of condensed materials, Department of Chemistry, Faculty of sciences El-Manar University, 2092, Tunis, Tunisia.*

In this work, we examined the acidity of 18 compounds of silanol[(1)] (R1R2R3SiOH) and 20 compounds of carbons acids[(2)] (R1R2R3CH) in the gas phase and the aqueous phase.

DFT was used as the calculation method and the functional B3LYP in conjunction with the 6-31++G (d, p) basis set.

We found a good correlation with experience in the gas phase ($R^2$=0.916) and the aqueous phase ($R^2$=0.934).

The most interesting in this work that the validation of the magnitude of the NBO charge prediction of the acidity ($R^2$=0.971) and reactivity ( nucleophilicity ) ($R^2$=0.919) of the bases were joining for carbon acids.

So we managed to establish a new model to predict the acidity and reactivity of these families' acids.

**Key words:** DFT, Acidity, NBO charge, Reactivity.

**References**

[1] R. Damrauer, R. Simon and M. Krempp, J. Am. Chem. Soc, 1991, 113, 4431-4435.

[2] I.E. Charif, S.M. Mekelleche, D. Villemin, N. Mora-Diez, THEOCHEM, 2007, 818,1–6

# Structure and properties of polylactic acid/modified Polyethylene materials

Amira BOUAZIZ [a,b], Valérie MASSARDIER[a] , Mohamed JAZIRI[b]

*[a)] INSA de Lyon, CNRS UMR 5223, Ingénierie des Matériaux Polymères, Villeurbanne, F-69622 Lyon, France*
*[b)] Laboratoire d'Electrochimie et Environnement. ENIS- Sfax, 3038 Sfax, Tunisie*

The focus of this study is to gain a deep understanding of the composition and process effect on the Polylactic acid (PLA) bio-based blends. PLA cannot challenge usual commodity of polymers regarding to the weak thermo-mechanical properties which reduces its application to very limited domains. Through this work, we present a promising route to enhance processing ability of PLA by reactive blending with modified polyethylene (mPE). To ensure a better dispersion of the second phase and impart desired properties, materials were melt-blended by high shear twin-screw extrusion. The effect of the addition of mPE into PLA on morphological structure and thermal properties has been investigated systematically. It was shown that the incorporation of the modified polyethylene induces favorable interactions between both polymers. The optimum content of the mPE is found to be 5wt%. The novel material emphasizes the importance of interface control in the preparation of multi-component materials.

**Key words:** Polylactic acid, Interface

# ELABORATION ET CARACTERISATION D'UN BIOCOMPOSITE A BASE DE FIBRES D'ALFA TRAITEES ET NON TRAITEES

Karama ELFEHRI [a,b], Mohamed JAZIRI [a], Christian CARROT [b]

*a) Laboratoire Eau Energie Environnement, Université de Sfax, Tunisie*
*b) Laboratoire Ingénierie des Matériaux Polymères,*
*Université Jean Monnet de Saint Etienne, France*

Dans une première étape de cette étude, nous avons procédé à un traitement d'alcalisation des fibres d'Alfa à deux concentrations différentes. Afin d'appréhender les modifications structurales du traitement d'alcalisation, une étude morphologique au microscope optique ainsi que des analyses par spectroscopie FTIR, RMN, thermogravimétrique ATG et par diffraction des rayons X ont été menées sur les trois types de fibres d'alfa (non traitées et traitées aux deux différentes concentrations). Les mélanges (Materbi®/fibres d'Alfa traitées et non traitées) élaborés dans une extrudeuse bivis, aux différentes compositions, ont été étudiés du point de vue des propriétés thermiques, mécaniques et de la morphologie. L'analyse thermique en DSC, fait apparaitre un effet nucléant dans la matrice Materbi due à la présence des fibres d'Alfa traitées et non traitées, qui accélère le début de la cristallisation. Une amélioration de la stabilité thermique des mélanges chargés avec de l'Alfa traité a été observée. L'étude des propriétés mécaniques montre que l'ajout des fibres d'Alfa traitées ou non traitées au Materbi, conduit à une perte du caractère ductile ainsi qu'une réduction du caractère résilient du matériau. Par contre, nous avons noté un gain très important de la rigidité. Le traitement alcalin conduit à un renforcement de la résistance mécanique d'autant plus important que la concentration en soude est élevée. L'étude morphologique réalisée au MEB, sur des faciès de rupture, a montré une bonne dispersion de fibres dans la matrice ainsi qu'une bonne adhésion à l'interface fibre-matrice particulièrement pour les fibres d'alfa traitées à forte concentration.

**Mots clés:** biocomposite, fibres d'Alfa, propriétés mécaniques, propriétés thermiques, morphologie.

# VALORISATION PAR RECYCLAGE DES REBUS PUR ET EVA RECUPERES A PARTIR DES SEMELLES DE MARCHES

Khadija Mnif[a], Chiraz Gorgi[b], Abdessattar Toumi[b], Mohamed Douib[c], Mohamed Jaziri[a]

[a] *Laboratoire Eau, Energie et environnement, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax. Université de Sfax.*
[b] *Centre National du Cuir et de la Chaussure (CNCC). Ministère de l'Industrie et de la Technologie.*
[c] *Société de Chaussure LA MEDINA.*

Ce travail est une collaboration tripartite entre l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax (ENIS), la société de fabrication de chaussures (LA MEDINA) et le Centre National du Cuir et de la Chaussure (CNCC). Il entre dans le cadre du Programme National de Promotion et de l'Innovation Technologique (PNRI) sous l'égide du Ministère de l'Industrie et de la Technologie.

L'objectif de ce projet est la valorisation par recyclage de déchets de polyuréthannes (PU) et de poly(éthylène/acétate de vinyle) (EVA), réticulés et expansés, issus des chutes de production des semelles de marche. La procédure consiste à étudier l'alternative d'incorporation de particules de déchets PU et EVA finement broyées, comme charge dans des mélanges à matrice polymère(s) thermoplastique(s). Le(s) polymère(s) constitutif(s) de la matrice ont été choisis parmi ceux utilisés et transformés par l'entreprise ; il s'agit du poly(éthylène/acétate de vinyle), [EVA] seul ou bien de la mixtion [Polyéthylène (PE)/EVA].

Ainsi, des mélanges [EVAmatrice/(EVA et/ou PU)charge] et [(EVA et PE)matrice/(EVA et/ou PU)charge] ont été élaborés aux différentes compositions par voie fondue dans une extrudeuse monovis. Ce travail nous a permis d'étudier la variation des différentes propriétés en fonction du taux de charge PU et/ou EVA contenu dans les mélanges et principalement d'apprécier l'état de l'interface entre les deux phases (matrice et charge) à travers la compatibilisation des particules de charges avec le composant EVA de la matrice. Les mélanges élaborés aux divers pourcentages massiques ont été étudiés du point de vue des propriétés thermiques, mécaniques, rhéologiques ainsi que de la morphologie.

Les observations morphologiques au MEB ont permis d'apprécier l'adhésion entre les phases du mélange. Il y a interactions entre les deux phases EVA en présence. Les particules PU ne participent pas à la consommation de l'énergie nécessaire à la rupture et ne sont pas considérés comme étant une charge renforçante.

L'atténuation des performances mécaniques engendrées par la présence des particules PU dispersées, à travers le manque d'adhésion et la moindre interaction interfaciale, est pratiquement compensée par les nodules EVA qui diminuent la tension à l'interface des composants charge-matrice. Aux sollicitations élevées, les particules dispersées se comportent comme des défauts de structure dans la matrice et génèrent à leur périphérie des amorces qui favorisent la rupture prématurée du matériau.

L'étude thermique réalisée par DSC, a montré l'existence d'interactions effectives entre les séquences esters (acétates de vinyles) du copolymère EVA et les groupements uréthannes à la surface des particules PU dispersées. L'ajout des particules PU et/ou EVA entraine une diminution de la température de fusion et donc un gain au niveau de l'énergie. Le taux de cristallinité diminue légèrement avec le taux de charge. Ceci, corrobore parfaitement les résultats de l'étude mécanique.

L'étude du comportement rhéologique, a montré que la viscosité s'accroit avec le taux massique des particules. A taux de charge identique les mélanges à base d'EVA présentent une fluidité plus importante que leurs homologues chargés en PU. Les particules EVA paraissent plus compressibles ; la moindre expansibilité des particules PU conduit à des charges plus rigides et moins déformables.

# IMPROVEMENT OF THERMAL STABILITY, RHEOLOGICAL AND PHYSICO-CHEMICAL PROPERTIES OF BIOCOMPOSITES FROM POLY (LACTIC ACID) AND OLIVE SOLID WASTE

Marwa KHEMAKHEM[a,c], Khalid LAMNAWAR[b,d], Abderrahim MAAZOUZ[b,c,e], Mohamed JAZIRI[a],

*a) Laboratoire Electrochimie et Environnement, ENIS 3038 Sfax, Tunisie*
*b) Université de Lyon, INSA-LYON, F-69361 Lyon, France*
*c) UMR 5223, Ingénierie des Matériaux Polymères IMP, CNRS, INSA Lyon, F-69621 Villeurbanne, France*
*d) UMR 5259, Laboratoire de Mécanique des Contacts et des Structures LaMCoS, CNRS, INSA Lyon, F69621, Villeurbanne, France*
*e) Hassan II Academy of Science and Technology, 10 100 Rabat, Morocco*

Like the most Mediterranean countries, Tunisia is well known in the olive-oil production. This industry leaves behind large quantities of olive solid waste (OSW). The main problem regarding the disposal of OSW is to find an environmental and economical viable solution. A new valorization strategy has been carried out which consists in incorporating the OSW as a filler in biopolymer matrix. The aim of the present work is to gain a fundamental understanding of the relationships between structure, processing conditions and final properties of these biocomposites. In this study, biocomposites based on poly(D,L-lactide) (PDLLA) and OSW filler were prepared by a twin screw extrusion under Argon inert gas with various filler contents. It was highlighted that the inclusion of OSW under elevated temperatures resulted in the degradation of the matrix leading to a reduction of the viscoelastic properties and molar masses. Furthermore, we have demonstrated that the present degradation of PDLLA matrix can be attenuated using a chain extender agent containing nine Glycidyl methacrylate (GMA) functions.

Meanwhile, the effect of OSW with and without multifunctional epoxide on the thermal properties as well the melt and the crystallization temperatures has been assessed. Furthermore, the rheological behaviour in linear viscoelasticity of the controlled PDLLA/OSW/GMA suspensions has been investigated in the molten state. The improvement of shear viscoelastic properties corroborates the determination of molar masses. The created physicochemical interactions have to be taken into-account to explain the improved rheological, morphological and mechanical properties.

**Key words:** olive solid waste, poly (lactic acid), thermal stability, chain extender, viscoelastic properties, molecular weight measurement.

# Natural fiber-reinforced thermoplastic starch composites obtained by melt processing

Ramzi Bel Hassen, Sami Boufi, Père Mutjé

*Faculté des Sciences de Sfax, Université de Sfax*

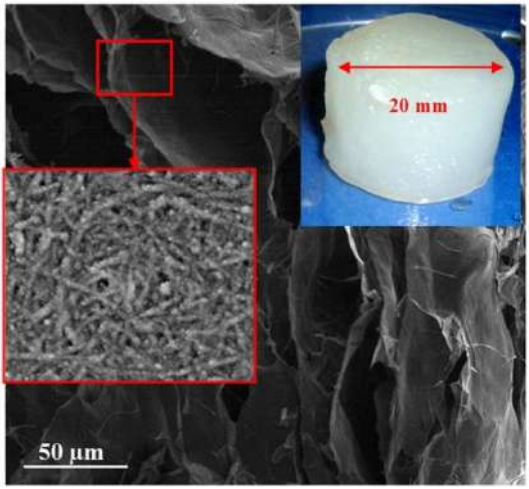
Thermoplastic starch (TPS) from industrial non-modified corn starch was obtained and reinforced with natural fibers. The influence of the reinforcement on physical–chemical properties of the composites obtained by melt processing has been analyzed. For this purpose, composites reinforced with different amounts of either triticalé or wood fibers have been prepared and evaluated in terms of crystallinity, water sorption, thermal and mechanical properties. The results showed that the incorporation of triticalé or wood fibers caused an increase in the glass transition temperature (Tg) of the TPS as determined by DMTA. The reinforcement also increased the stiffness of the material, as reflected in both the storage modulus and the Young's modulus. The increase of the amount of natural fibers to the matrix decreased the water absorption.

# Aérogel à base de cellulose nanofibrillée : Un support intéressant pour le piégeage des polluants métalliques.

WafaMaatar,SamiBoufi

*Laboratoire de sciences des matériaux et environnement,*
*Faculté de sciences de Sfax, Université de Sfax, BP 1171-3000Sfax, Tunisie.*

L'objectif de travail est de préparer des aérogels de cellulose modifiés pour leur utilisation comme des nouveaux adsorbants pour le piégeage des métaux lourds dissous dans l'eau. Les aérogels de cellulose ont été préparés à partir des microfibres de cellulose par un processus d'échange de solvant à basse température. Les aérogels obtenus ont subi une modification chimique par greffage radicalaire d'acide mathacylique et d'anhydride maleique en utilisant un système d'initiation basé sur la réaction de Fenton. La mise en évidence du greffage chimique des monomères a été réalisée par IRTF et RMN 13C du solide. Les aérogels modifiés ont été utilisé comme adsorbant pour des cations métalliques divalents. La cinétique et la capacité d'adsorption des aérogels élaborés ont été étudiées sur une large gamme d'ions métallique.
Le résultat de ce travail a montré que les aérogel de cellulose élaborée peuvent être utilisé comme des supports pour le piégeage d'ions métallique dans l'eau. Une fois saturé, le support pourrait être régénéré aisément par lavage avec une solution d'EDTA diluée.




*Support d'adsorption à base d'aérogel de nanofibres de cellulose*

# CELLULOSE ISSUE DU PALMIER DATTIER TUNISIEN: APPLICATION A LA SYNTHESE DE NANOPARTICULES D'ARGENT (Ag°) ENCAPSULES DANS LA CARBOXYMETHYLCELLULOSE (CMC)

Wiem Marzouk[1], Nawfel Sakly[1, 2], Sadok Roudesli[1], Hatem Majdoub[1]

*[(1)] Laboratoire des Interfaces et Matériaux Avancées, Faculté des Sciences de Monastir-Université de Monastir, Boulevard de l'environnement, 5019 Monastir, Tunisie*
*[(2)] Institut Supérieure des Sciences Appliquées et Technologie de Mahdia, Université de Monastir, Sidi-Messaoud, 5011 Mahdia, Tunisie*

La valorisation des produits biodégradables issus de la conversion des déchets végétaux constitue un challenge et offre une nouvelle approche pour surmonter de nombreux problèmes socio-économiques. Dans ce travail nous avons porté un intérêt majeur à l'extraction et à la carboxymethylation en milieu hétérogène des fibres cellulosiques issues de pétioles de palmier dattier Tunisien. La CMC ainsi synthétisée a été caractérisée par différentes techniques physico-chimiques complémentaires: la spectroscopie infrarouge (IRTF), la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et la chromatographie d'exclusion stérique (SEC).

Le polyélectrolyte anionique, dont le degré de substitution est proche de l'unité (0.96), a été utilisé comme bio-réducteur des ions Ag+, stabilisant pour la préparation de solutions colloïdales de nanoparticules d'argent (Ag°). Ces dernières présentent des applications potentielles aussi bien dans le domaine biologique, grâce à leur activité antibactérienne, que dans le domaine des capteurs optiques pour la détection des ions $Hg^{2+}$ et du $H_2O_2$.

Ainsi, nous avons proposé un plan d'expérience permettant une synthèse rapide et écologique de nanoparticules d'argent (Ag°) encapsulés dans le CMC. Pour cela, nous avons varié aussi bien le pH du milieu réactionnel que la concentration des ions argent à une température de 90°C. L'optimisation des conditions de synthèse écologique de nanométaux a été suivie à travers l'évolution des propriétés optiques (bande plasmon) des solutions colloïdales aqueuses de nanoparticules d'argent. Dans les conditions optimales de synthèse, les nanoparticules d'argent obtenus, dont la taille moyenne est de 20 nm, ont montré une bonne cristallinité, une forme quasi-sphérique, une faible dispersion en taille ainsi qu'une une bonne stabilité en milieu aqueux. Cette dernière est essentiellement due aux interactions électrostatiques répulsives des groupements chargés ainsi qu'à l'encombrement stérique imposé par la pelote statistique du polyélectrolyte.

**Mots-clés**: Synthèse écologique, Pétiole de palmier dattier, CMC, Nanoparticules d'argent, Plasmons.

# EXTRACTION OF CELLULOSE FROM DATE PALM KERNELS AND PREPARATION OF SOLUBLE CELLULOSE ETHER IN WATER

Faten Hajji[a], Achraf Ghorbal[a], Ammar Ben Brahim[a]

[a)] *Applied Thermodynamics Research Unit, National Engineering School of Gabes, Gabes University, Rue Omar Ibn-Elkhattab 6029 Gabes, Tunisia*

Cellulose-type polysaccharides were isolated from the kernels of date palm of *Phoenix dactylifera L* by alkaline extraction and fractionated by precipitation. In order to improve aqueous solubility the etherification of cellulose filler in alkaline medium was performed using dimethyl chloride $CH_2Cl_2$ by Williamson methylation reaction. Such type of chemical modification, which led to get important water solubility combined with chemical stability and non-toxicity of the filler. The properties of the methylcellulose (MC) were characterized using Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray diffraction (XRD), thermogravimetric analysis (TGA), and tensile testing. The TGA, XRD, and FTIR spectra indicated that this cellulose derivative possessed cellulosic crystal type II.

**Key words:** Cellulose, Date palm, Phoenix dactylifera L, Etherification, Williamson methylation, methylcellulose(MC).

# REMOVAL OF SAMARIUM (III) FROM AQUEOUS SOLUTIONS BY POLY(SODIUM 4-STYRENESULFONATE) ASSISTED-ULTRAFILTRATION

Hammami Mahria [a], Jellouli Ennigrou Dorra [a],
Horchani Naifer Karima [a] ,Mokhtar Ferid [a]

*[a)] Laboratoire Physico-chimie des Matériaux Minéraux et leurs Applications, Centre Nationale des Recherches en Sciences des Matériaux,Tecnopole Borj cédria, BP 73, 8027 Soliman, Tunisie*

The Ultrafiltration (UF) technique shows a great interest for the retention of ions in aqueous phase. To increase the process efficiency, the UF process can be associated with a preliminary selective complexation step of the target ions with water soluble ligands. Thus the resulting complexes could be rejected by the membrane, whereas the non-complexed ions pass through it. This study deals with the retention of a rare earth element Sm(III) by ultrafiltration assisted complexation.

The complexant agent used was the poly(sodium 4-styrenesulfonate) (PSS) with an average molecular weight 70 kDa. Different parameters, affect the retention of Samarium (III), such as transmembrane pressure, PSS concentration, pH and ionic strength have been investigated. Results show that the permeate flux increases linearly with increasing transmembrane pressure. A better retention was observed at 2 $10^{-4}$ mol $L^{-1}$ PSS concentration and 3 bar transmembrane pressure. The retention of samarium ions decreases slightly at a high ionic strength. This can be explained by the competitive complexation between $Na^{+}$ and samarium (III) with PSS.

**Keywords:** Samarium (III), poly(sodium 4-styrenesulfonate) (PSS), retention, polyelectrolyte enhanced ultrafiltration.

# ETUDE CINETIQUE DE LA RETENTION DU CU (II) SUR UN POLYMERE SYNTHETISE A BASE DE PEG/PVP ET AGAR

N.E. Ben Ammar [a] ; T.Saied [b] ; A.H.Hamzaoui [a]

*[a)] Laboratoire de valorisation des matériaux utiles*
*Centre National de Recherche en Science des Matériaux*
*[b)] Institut National des Sciences Appliquées et de Technologies*

Après avoir synthétisé un hydrogel en partant d'un mélange de PVP de PEG et d'agar, on a suivi ces propriétés en démontrant qu'il possède une capacité importante de rétention d'eau. En vue de prévoir une application dans le domaine de traitement des eaux, on a suivi la cinétique de rétention d'un ion métallique qui est le cuivre (II) contenu dans un mélange de $CuSO_4 .5H_2O$.
On a commencé par déterminer les isothermes d'adsorption afin de comprendre la répartition des ions cuivriques entre la solution et l'hydrogel et ce en utilisant les modèles de Langmuir de Freundlich et d'Elovich. L'analyse des résultats montre que le modèle d'Elovich correspond le plus aux résultats expérimentaux avec un coefficient de corrélation de $R^2 = 0.992$ ce qui reflète une rétention de cuivre sous forme de multicouche.
L'application de différents modèles cinétiques (Pseudo premier ordre, Pseudo second ordre et Elovich). Nous a permis de déterminer que le modèle cinétique qui correspond le plus aux résultats expérimentaux est le pseudo second ordre.

**Keywords:** Cuivre, hydrogel, cinétique de rétention

## Références

[1] Nan Li, Renbi Bai, Separation and Purification Technology, 2005, 237-247

# ETUDE DE L'EFFET DE LA TEMPERATURE D'ARRHENIUS SUR LA VISCOSITE DES SOLVANTS PURS ET MIXTES

M. Dallel[a], M. Hichri[b], H. Hamda[c], A.A. Al-Arfaj[d], N.O. Alzamil[d], N. Ouerfelli[a,d].

*[a)] Université de Tunis El Manar, Laboratoire Biophysique et de Technologies Médicales LR13ES04, Institut Supérieur des Technologies Médicales de Tunis, 9 Avenue Dr. Zouhaier Essafi 1006 Tunis, Tunisie.;*
*[b)] Université de Tunis El Manar, Faculté des Sciences de Tunis, LR01SE10, Laboratoire de Thermodynamique Appliquée, Département de Chimie, 2092 Tunis, Tunisie.*
*[c)] Laboratoire d'Ingénierie Mathématique, Ecole Polytechnique de Tunisie, Université de Carthage, Rue El Khawarizmi, B.P.743, 2078 La Marsa, Tunisia.*
*[d)] University of Dammam, Department of Chemistry, College of Science, P.O. Box 1982, Dammam 31441, Saudi Arabia.;*

Les mélanges binaires et ternaires occupent une grande place dans les domaines de Chimie Appliquée. Les grandeurs physico-chimiques des mélanges liquides sont importantes pour comprendre les comportements thermodynamiques, les interactions intermoléculaires pour la conception et l'optimisation des processus industriels. Parmi les propriétés physiques des fluides nécessaires à la conception et l'optimisation des procédés industriels, il convient de mentionner la viscosité comme l'une des plus importantes. Dans le cas où le fluide obéit à la loi d'Arrhenius (Eq. 1) dont les paramètres (*Ea* et ln*As*) sont déterminés respectivement à partir de la pente et l'ordonnée à l'origine de la droite représentant le logarithme népérien de la viscosité dynamique en fonction de l'inverse de la température absolue. $\ln\eta = \ln As + Ea/RT$ (1)

La curiosité scientifique nous a incité à tester l'intersection de la droite avec l'axe des abscisses qui donne grâce à l'équation aux dimensions, une inverse de température ($1/T_A$) dont ($T_A$) a le nom de température d'Arrhenius.

Une étude de corrélation statistique entre tous les trois précédents paramètres et les propriétés physicochimiques des solvants étudiés, nous a montré qu'on peut estimer ou prédire la température d'ébullition des solvants et d'avoir grossièrement une idée préalable de la nature du digramme isobarique liquide-vapeur. De plus, *As* est en forte corrélation de la viscosité du solvant à l'état vapeur, à la température d'ébullition sous la même pression que celle du liquide étudié. De même, le facteur (-*R*.ln*As*) est en relation avec l'entropie d'activation de fluide visqueux ($\Delta S^*$) ainsi que *Ea* avec l'enthalpie ($\Delta H^*$) correspondante:

$$\Delta G^* = RT \cdot ln\left(\frac{\eta M}{hN_A\rho}\right) = \Delta H^* - T\Delta S^* \qquad (2)$$

où $\eta$, $\rho$, $h$, $R$, $N_A$ et $M$ représentent respectivement la viscosité dynamique, la masse volumique du fluide étudié, la constante de Planck, la constante des gaz parfaits, le nombre d'Avogadro et la masse molaire moléculaire.

**Key words:** Viscosity, Arrhenius activation energy; Arrhenius temperature; boiling temperature, solvents.

# ESTIMATION DES COEFFICIENTS D'ACTIVITE A PARTIR DE L'ENTHALPIE LIBRE MOLAIRE RELATIVE A L'ACTIVATION D'ECOULEMENT VISQUEUX DANS LES MELANGES N,N-DIMETHYLACETAMIDE + 2-ETHOXYETHANOL

Z. Trabelsi[a], H. Salhi[a], M. Hichri[b], N.A. Al-Omair[c], K.Y. Alqahtani[c], N. Ouerfelli[a,c].

*[a)] Université de Tunis El Manar, Laboratoire Biophysique et de Technologies Médicales LR13ES04, Institut Supérieur des Technologies Médicales de Tunis, 9 Avenue Dr. Zouhaier Essafi 1006 Tunis, Tunisie.;*
*[b)] Université de Tunis El Manar, Faculté des Sciences de Tunis, LR01SE10, Laboratoire de Thermodynamique Appliquée, Département de Chimie, 2092 Tunis, Tunisie.*
*[c)] University of Dammam, Department of Chemistry, College of Science, P.O. Box 1982, Dammam 31441, Saudi Arabia.;*

Les propriétés physico-chimiques des mélanges liquides en particulier de viscosité sont importantes pour comprendre le comportement thermodynamique ainsi que pour l'optimisation et la conception des processus industriels. Dans le cadre de la recherche scientifique sur les mélanges liquides en produits chimiques, pharmaceutiques et alimentaires industries, l'étude des équations de corrélation des propriétés d'excès ou d'écart est très intéressante en Chimie Appliquée pour prédire les propriétés physico-chimiques dans les calculs hydrauliques de transport des fluides et dans les calculs de transfert d'énergie.

Notons, que par l'examen d'une corrélation entre les énergies libres en excès de Gibbs ($\Delta G^{*E}$) de l'activation de l'écoulement visqueux et les excès de Gibbs énergies libres ($\Delta G^{E}$) calculée à partir de le diagramme d'équilibre liquide - vapeur (VLE), nous pouvons aussi calculer activités coefficients des deux molécules de N,N-diméthylacetamide + ($\gamma_1$) et 2-éthoxyethanol ($\gamma_2$) à partir de l'enthalpie libre molaire d'excès relative à l'activation de l'écoulement visqueux ($\Delta G^{*E}$) [1,2]. Nous ajoutons que les mélanges binaires de N,N-diméthylacetamide (1) + 2-éthoxyethanol (2) ont des constantes diélectriques ($\varepsilon$) très distinctes que celles de leurs composants purs. Par conséquent ça nous permet de donner un large éventail de valeurs ($2.2 < \varepsilon < 48{,}5$) lorsque la composition molaire ($x_1$) varie entre 0 et 1. Ce travail représente une autre contribution d'une série de programme de recherche sur les structures internes dans les mélanges binaires liquides, dans lequel le N,N-diméthylacetamide (1) ou le 2-éthoxyethanol sont l'un des deux constituants.

**Key words:** enthalpie libre; écoulement visqueux; mélange binaire; Redlich-Kister ; N,N-diméthylacetamide ; 2-éthoxyethanol.

**References**

[1] Victor PJ, Das D, Hazra DK.. J. Indian Chem. Soc. 2004;81:1045–1050.
[2] Das D, Messaâdi A, Dhouibi N, Ouerfelli N. Phys. Chem. Liq. 2012;50:773–797.

# ANALYSE DES COMPOSES PRIMAIRES D'OXYDATION DES HUILES VEGETALES A L'AIDE D'UNE TECHNIQUE INNOVANTE BASEE SUR LA MICROCALORIMETRIE

Wafa Dridi[a,b,d], Jean Toutain[3], Alain Sommier[c], Mohamed Gargouri[d], Wafa Essafi[b], Fernando Leal Calderon[a], Maud Cansell[a]

*[a)] Bordeaux INP, CBMN, UMR 5248 CNRS, Université de Bordeaux, IPB, Pessac, France*
*[b)] INRAP, Pôle Technologique de Sidi Thabet, Tunisie*
*[c)] I2M, TREFLE, UMR 8508 CNRS-ENSAM-Paristech, Talence, France*
*[d)] INSAT, Centre Urbain Nord BP 676, 1080 Tunis Cedex, Tunisie*

L'oxydation des lipides dans les produits alimentaires est un problème récurrent dans l'industrie alimentaire. En plus de son impact délétère sur la qualité nutritionnelle de l'aliment, ce phénomène altère les propriétés fonctionnelles et sensorielles. La maîtrise de l'oxydation est donc l'un des défis importants à relever afin de contrôler la qualité des produits.

De nombreuses analyses chimiques sont disponibles pour caractériser et quantifier les différents produits primaires ou secondaires qui peuvent apparaître lors de l'oxydation des lipides. Cependant, la plupart nécessite l'utilisation de solvants organiques qui peuvent être toxiques et qui nécessitent un recyclage et elles correspondent souvent à des temps d'analyse relativement longs.

Nous avons mis au point une nouvelle technique expérimentale basée sur la mesure de l'enthalpie des réactions de l'oxydation des lipides qui sont des réactions exothermiques. Ce dispositif multicanaux permet le suivi en temps réel des réactions d'oxydation. Il est constitué de thermopiles qui mesurent les flux de chaleur dissipée durant les réactions chimiques et ce sur des échantillons différents et de manière simultanée.

Les éléments de mesure nécessitent une identification de leurs paramètres grâce à une modélisation analytique basée sur la méthode des quadripôles et l'enregistrement de leur réponse à une excitation thermique connue.

Quatre huiles riches en acides gras insaturées (olive, colza, cameline et lin) ont été analysées par la formation de produits primaires d'oxydation, les diènes conjugués sont mesurés par spectrophotométrie UV à 233 nm. Parallèlement, la mesure de l'enthalpie de réaction par microcalorimétrie a été réalisée sur les échantillons. Les résultats montrent, d'une part, une bonne corrélation des enthalpies de réaction et de la quantité de diènes conjugués et, d'autre part, une oxydabilité des huiles liée à leur teneur en acide α-linolénique (18:3 n-3). En conclusion, le dispositif mis au point fournit une méthode rapide, sensible, sans solvant et à faible coût pour la mesure des composés primaires d'oxydation des lipides.

**Mots clés :** Oxydation, huile, calorimétrie, spectrophotométrie.

# PREPARATION DE CATALYSEURS $Pd/Ce_xZr_{(1-x)}O_2/SiO_2$ PAR LA METHODE SOL-GEL: EFFET DE PRECURSEUR DE ZIRCONIUM

K. Sadouki [a], H. Ben Boubaker [a], I. Ben Saïd [b], S. Fessi [a], Z. Ksibi [a], A. Ghorbel [a]

[a] *Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Université Tunis-El Manar, Campus Universitaire 2092 Tunis, Tunisie*
[b] *Laboratoire de Chimie des Matériaux, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Bizerte, Université de Carthage-Tunis, Tunisie*
kouloudsadouki@yahoo.fr

La synthèse de catalyseurs par voie sol-gel a connu une évolution importante suite à un grand nombre de recherches dans ce domaine [1,2]. En effet, cette méthode a permis d'étudier l'effet de plusieurs nouveaux paramètres de synthèse.

Dans ce travail, nous nous intéressons à investiguer l'effet de la nature de précurseur de zirconium sur les catalyseurs $Pd/Ce_xZr_{(1-x)}/SiO_2$ en utilisant le processus sol-gel comme méthode de synthèse. Le nitrate de zirconium (N), le propoxyde de zirconium (P) et l'acétylacétonate de zirconim (acac), sont utilisés pour ce but. La physisorption d'azote, la TRP, la chimisorption d'hydrogéne et la diffraction des rayons X (DRX) sont les techniques utilisées pour caractériser les catalyseurs. Ensuite, la combustion du méthane est utilisée pour tester leurs activités.

Conformément aux résultats de caractérisation par physisorption d'azote, une variation importante de la surface BET et le diamètre moyen des pores sont obtenus lorsque la nature du précurseur de zirconium est modifiée. L'acétylacétonate de zirconim semble être plus efficace pour la texture que le nitrate de zirconium et le propoxyde de zirconium. Les résultats de diffraction des rayons X montrent aussi une variation de la structure des échantillons calcinés à 550°C. En effet, la composition et la dispersion de la solution solide $CeZrO_2$ formée sur les catalyseurs sont modifiées par la variation de la nature du précurseur de zirconium. Cette variation de structure est accompagnée d'une modification de la dispersion et de la réductibilité des sites catalytiques PdO. En effet les résultats de la TPR et de la chimisorption d'hydrogène montrent respectivement des températures de réduction différentes et des quantités d'hydrogène chimisorbé variables avec les catalyseurs préparés avec différents précurseurs de zirconium.

Enfin, les résultats de l'activité catalytique montrent que l'utilisation du propoxyde de zirconium améliore remarquablement la conversion du méthane. Ce résultat peut être expliqué par l'effet de la texture et la structure sur la réactivité des sites catalytiques PdO.

---

**Références :**

[1] R. Gupta, N.K. Chaudhury / Biosensors and Bioelectronics 22 (2007) 2387–2399
[2] *S. Lambert et al. / Journal of Catalysis 221 (2004) 335–346*

# Catalytic oxidation of alkenes over Tungsten and Copper based catalysts

Mariem Rajah[a], Noomen Moussa [a] Ammar Houas [a,b]

*[a)] Unité de Recherche Catalyse et Matériaux pour l'Environnement et les Procédés URCMEP (UR11ES85), Faculté des Sciences de Gabès/Université de Gabès, Campus Universitaire, Cité Erriadh, 6072 Gabès, Tunisie (a)*
*[b)] Al Imam Mohammad Ibn Saud Islamic University (IMSIU), College of Sciences, Department of Chemistry, Riyadh 11623, Saudi Arabia (b)*

Supported tungsten and copper on silica and alumina synthesized by sol-gel method were studied. Sodium Tungstate, Copper chloride, tetraethylorthosilicate (TEOS) and aluminium Chloride were used as Tungsten, Copper, Silica and Alumina sources, respectively. The resulting materials were characterized by techniques such as Fourier transform infrared spectroscopy, X-ray diffraction and UV-Vis diffuse reflectance spectroscopy (DR-UV-Vis). The catalysts were used for oxidation of styrene with $H_2O_2$ as oxidant in $CH_3CN$ as solvent. It was found that the catalytic activity of the reaction depended on the calcination, the nature of the support, the metal content and styrene/$H_2O_2$ molar ratio. The heterogeneous nature of the reaction was tested and the leaching problem was observed with some catalysts.

**Key words:** Tungsten, Copper, oxidation, styrene, leaching.

# An assessment of the behavior of AA 2024-T3 covered with hybrid sol-gel doped with inhibitors corrosion, in chloride medium

Mouna Mrad[a,b*], Leila Dhouibi[a]

*a) Unité de Recherche "Corrosion et Protection des Métalliques", Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tunis, le Bélvédère 1002 Tunis, Tunisia ;*
*b) Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie, Centre Urbain Nord Tunis, Tunisia*
mouna.mrad@yahoo.fr

Silane based coatings exhibit high potentiality to be as an alternative to toxic chromate coatings for surface pre-treatment of aluminum alloys such AA2024-T3 [1]. However, the coating, suffering from porosity and heterogeneity, cannot avoid the materiel corrosion process [2]. Present work demonstrates the possibility to use corrosion inhibitors ($NaNO_3$, 8-HQ) as healing agent to repair the poly-GPTMS coatings in NaCl solution.

Scanning electron microcopy coupled with energy dispersive spectroscopy served to films observations. A dependence of surface films morphology on composition of solution was proved.

The performance of doped coating was investigated by electrochemical impedance spectroscopy (EIS). The results show that doping the precursor solution with inhibitors influences the corrosion resistance. In fact, the combination of the physical barrier and the active protection enables to obtain an effective protective system.

**Key Words:** GPTMS, inhibitors; corrosion protection.

**References**

[1] V. Palanivel, D. Zhu, W.J. van Ooij, Prog. Org. Coat. 47 (2003) 384.
[2] S.V. Lamakaa, M.L. Zheludkevich, K.A. Yasakau, R. Serra, S.K. Poznyak, M.G.S. Ferreira, Prog. Org. Coat. 58 (2007) 127.

# ETUDE DE L'ENTHALPIE LIBRE MOLAIRE D'EXCES REDUITE DE REDLICH-KISTER RELATIVE A L'ACTIVATION DE L'ECOULEMENT VISQUEUX LES DANS MELANGES BINAIRES D'EAU+ACIDE ISOBUTYRIQUE

H. Salhi[a], Z. Trabelsi[a], M. Hichri[b], M.A. Alkhaldi[c], A.A. Al-Zahrani[c], N. Ouerfelli[a,c].

*[a)] Université de Tunis El Manar, Laboratoire Biophysique et de Technologies Médicales LR13ES04, Institut Supérieur des Technologies Médicales de Tunis, 9 Avenue Dr. Zouhaier Essafi 1006 Tunis, Tunisie.;*
*[b)] Université de Tunis El Manar, Faculté des Sciences de Tunis, LR01SE10, Laboratoire de Thermodynamique Appliquée, Département de Chimie, 2092 Tunis, Tunisie.*
*[c)] University of Dammam, Department of Chemistry, College of Science, P.O. Box 1982, Dammam 31441, Saudi Arabia.;*

Dans des travaux précédents, le volume molaire d'excès, l'écart de viscosité et l'enthalpie libre d'excès relative à l'activation de l'écoulement visqueux ont été étudiés à partir des mesures de la densité et de la viscosité de cisaillement des mélanges d'acide isobutyrique dans l'eau sur toute la gamme des fractions molaires de 301,15 à 315,15 K [1-3]. Nous avons été engagés dans une étude systématique des propriétés thermodynamiques et de transport de mélanges binaires contenant de l'acide isobutyrique, comme celui-ci est un composé organique industriel important et un solvant mixte important pour un certain nombre de procédés de séparation. Dans le but de faire la distinction entre les interactions soluté-solvant et solvant-solvant, nous avons observé qu'il existe des interactions spécifiques entre les molécules d'acide et de l'eau isobutyrique et nos conclusions sont en accord avec certaines études structurelles récentes. En fait, l'acide isobutyrique et l'eau ont à la fois un groupe accepteur de protons. Par conséquent, il y a des liaisons hydrogène, ce qui conduit à une forte corrélation entre les molécules. La différence de taille des molécules peut également jouer un rôle important à cet égard. Les mesures de viscosité conduisent à la détermination de l'énergie d'activation de l'écoulement visqueux. Les données expérimentales ont été utilisées pour estimer l'enthalpie libre molaire d'excès de l'activation de l'écoulement visqueux ($\Delta G^{*E}$) sur tout le domine de fraction molaire de chaque température étudiée. La variation des paramètres molaires partiels d'activation de en fonction de la composition sont discutés.

**Key words:** Viscosité, enthalpie libre ; mélange binaire ; écoulement visqueux ; Redlich-Kister ; Acide isobutyrique.

**References**

[1] Ouerfelli, N., Bouanz, MJ. Solution Chem. 35, 121–137 (2006)
[2] Ouerfelli, N., Kouissi, T., Zrelli, N., Bouanz, M. J. Sol. Chem. 38, 983–1004 (2009)
[3] Das, D., Ouerfelli, N. J. Solution Chem. 41, 1334–1351 (2012)

# Equilibrium modeling of single and binary adsorption of lead and copper onto natural and activated clay

KHALFA.Leila[a], BAGANE.Mohamed[a]
NAJJAR.Soaad[b], and CERVERA SANZ. M.Luisa[c].

*a. Applied Thermodynamics Unit Research, National Engineering School in Gabes, 6029 Zrig Gabes, Tunisia,*
*b. R.L: Process Engineering and Industrial systems, National Engineering School in Gabes, 6029 Zrig Gabes, Tunisia.*
*c. University of Valencia, Faculty of Chemistry, Building research, 50 Dr. Moliner st., 461000 Burjassot, Valencia, Spain*
Corresponding: khalfaleila@yahoo.fr;

The present study deals with the competitive adsorption of lead and copper ions onto natural and activated clay from single component and binary systems. Equilibrium adsorption is affected by the initial pH of the solution. The pH ≈6.0 is found to be the optimum for the individual removal of Pb(II) and Cu(II) ions by smectite clay. The single ion equilibrium adsorption data were fitted to the Langmuir, Freundlich and Redlich–Peterson (R–P) isotherm models. The adsorption capacity of Pb(II) is higher than that for Cu(II) for the binary metal solutions and is in agreement with the single-component adsorption data. Equilibrium isotherms for the binary adsorption of Pb(II) and Cu(II) ions onto natural and activated clay have been analyzed by using non-modified Langmuir, modified Langmuir, extended Langmuir, extended Freundlich and Sheindorf–Rebuhn–Sheintuch models.

**Key words**: Binary adsorption; natural clay; Multi-component isotherms; Lead(II); copper(II)

# ELECTRODES MODIFIEES PAR DES POLYMERES AYANT DES PROPRIETES REDOX

Meriam Mattoussi[a], Fatma Matoussi[b],

*[a)] Laboratoire de Chimie Analytique et Electrochimie, Département de Chimie, Faculté des sciences de Tunis, Campus Universitaire, 2092 Tunis El Manar, Tunisie.*
*[b)] Département de Génie Chimique et Biologique, Institut national des Sciences Appliquées et de Technologie, Centre Urbain Nord, B.P. N°676, 1080 Tunis Cedex, Tunisie.*

Cette étude a eu pour objet l'immobilisation des complexes de fer (II) dans une matrice de polymère organique déposé sur une électrode métallique en vue d'applications électrochimiques. L'inclusion a concerné des dérivés du ferrocène préalablement synthétisés dans des conditions optimisées. La matrice d'immobilisation adoptée est un polymère réticulé à base de polyéthersulfone ($ClNH_2$). La modification de la surface de l'électrode a été faite par la technique du « drop casting » conduisant à une réticulation in situ avec un confinement des produits actifs. Après une étude voltamétrique détaillée en milieu acétonitrile, les composés ferrocéniques immobilisés ont fait l'objet d'une analyse électrochimique en milieu aqueux. Les résultats obtenus ont montré que les complexes de fer (II) confinés donnent des transferts électroniques réversibles comparables à ceux en solution. Toutefois, on constate un ralentissement de la cinétique correspondante. L'électroactivité observée a été interprétée par la propagation des sites oxydés/réduits générés à l'électrode par sauts d'électrons de site à site.

Comme application, une étude préliminaire concernant le dosage ampérométrique du phénol a été réalisée moyennant un dispositif à base de ferrocène immobilisé par $ClNH_2$. Les résultats enregistrés montrent les performances de ce capteur pour le dosage électrocatalytique du phénol pour les concentrations inférieures à 8 mM.

**Mots clés:** complexes de fer (II), dosage électrocatalytique, électrode modifiée, immobilisation, phénol.

# SYNTHESE EN MILIEU POLYOL DE NANOPARTICULES DE DIOXYDE DE MANGANESE. PROPRIETES ELECTROCATALYTIQUE D'UN NANOCOMPOSITE A BASE DE $MNO_2$ /POLYMERE ORGANIQUE.

Kaabi N.[a], Matoussi F.[b]

*a) Laboratoire de Chimie Analytique et Electrochimie, Département de Chimie Faculté des Sciences de Tunis, Compus Universitaire, 2092 Tunis El Manar, Tunisie.*
*b) Département de Génie Chimique et Biologique. Institut National des Sciences Appliquées et Technologie (INSAT), B.P.N°676, 1080 Tunis Cedex, Tunisie (b)*
Email : kaabi.noura89@gmail.com (a)

Dans le présent travail, nous rapportons la synthèse et la caractérisation de nanoparticules de $MnO_2$ et une étude préliminaire de leurs propriétés électrocatalytique. La synthèse a été faite via un processus polyol-reflux par oxydation d'un sel précurseur en milieu basique en présence de surfactant PVP. Nous avons étudié l'effet des paramètres expérimentaux : taux de surfactant, rapport molaire (R=n ($OH^-$)/n (Mn(II)), température de reflux et durée du chauffage. La caractérisation des structures cristallines a été faite par différentes méthodes. Les résultats obtenus ont montré que les nanoparticules sont de forme quasi-tubulaire de taille allant de 2 à 70 nm.
Les nanoparticules de birnessite obtenues ont permis la préparation d'électrodes modifiées avec un nanocomposite $MnO_2$/polymère organique($ClNH_2$). Ce dispositif a été caractérisé par voltamétrie cyclique. Ses propriétés électrocatalytiques ont été étudiées vis-à-vis de l'oxydation de l'hydroquinone. Une diminution nette de la surtension d'activation a été observée. En effet, le voltammogramme obtenu avec l'électrode modifiée présente les caractéristiques d'un système électrochimique rapide à la différence de celui obtenu avec une électrode non modifiée.

**Mots clés:** dioxyde de manganèse, nanoparticules, birnessite, électrocatalyse, nanocomposite.

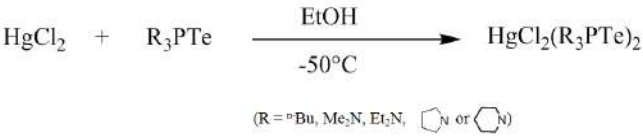
# Program of
# Tuesday, December
# 23th 2014

# MERCURY(II) COMPLEXES WITH PHOSPHINE TELLURIDES: SYNTHESIS AND MULTINUCLEAR ($^{31}$P, $^{125}$Te and $^{199}$Hg) NMR CHARACTERIZATION IN SOLUTION

Radhia Mallek, M.A.K. Sanhoury, M.T. Ben Dhia

*Laboratory of structural organic chemistry: Synthesis and physicochemical studies, Coordination Chemistry group, Department of Chemistry, Faculty of Sciences Tunis, El Manar University Campus I 2092, Tunis, Tunisia*
E-mail: radhia.mallek@gmail.com

Phosphine chalcogenides of the formula $R_3PE$ (E = O, S, Se or Te) are attracting considerable interest due to their selective complexation properties towards 'hard/soft' metal cations [1-3]. Recently, certain metal complexes of this class of compounds have shown to be suitable single-source precursors for the production of nanocrystals of metal chalcogenides, for example ME (M = Cd, Zn or Hg; E = S or Se) [4,5]. In a previous work [6], we have synthesized a series of cadmium complexes with different phosphine tellurides. Herein, we describe the synthesis of new mercury(II) complexes with phosphine telluride ligands of the type $HgCl_2(R_3PTe)_2$ [R = n-Bu (**1**), $Me_2N$ (**2**), $C_5H_{10}N$ (**3**) or $C_4H_8N$ (**4**)]. These were characterized by IR and multinuclear ($^{31}$P, $^{125}$Te and $^{199}$Hg) NMR spectroscopy. In particular, the solution structure of these complexes was confirmed by $^{31}$P NMR at low temperature, which displayed a singlet for each complex flunked by $^{125}$Te satellites. These signal features were further accompanied by $^{199}$Hg satellites due to corresponding two-bond P-Hg couplings, clearly showing that the ligand is coordinated to the metal through its tellurium atom. The use of these complexes as single source precursors for the preparation of HgTe nanoparticles was also investigated and results are discussed and compared with those obtained for closely related phosphine chalcogenide analogs.




**Keywords** : Phosphine telluride, mercury(II) complexes, multinuclear NMR.

## References

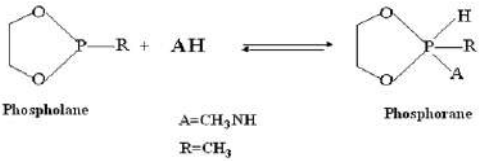
[1] I D Sadekov, A. A. Maksimenko, V. L. Nivorozhkin. *Russ. Chem. Rev*., **1998**, 67 193-208.
[2] R. Colton and P. Panagiotidou, *Aust. J. Chem.* **1987,** 40, 13.
[3] A. M. Bond, R. Colton, and J. Ebner, *Inorg. Chem.*, **1988,** 27, 1697.
[4] J. Waters, D.J. Crouch, J. Raftery, P. O'Brien, *Chem. Mater.*, **2004,** 16, 3289 and refs therein.
[5] T. Chivers, J. S. Ritch, S. D. Robertson, J. Konu, H. M. Tuononen, *Acc. Chem. Res.*, **2010**, 43, 1053.
[6] R. Mallek, M.A.K. Sanhoury, M.T. Ben Dhia, M.R. Khaddar, *J. Coord. Chem.*, **2014**, 67, 1541-1549.

# Theoretical Study of phosphorus biphilic behavior

MEJRI Alia [(a)]; FLISS Outaf[(a)] ; TANGOUR Bahoueddine[(a)]

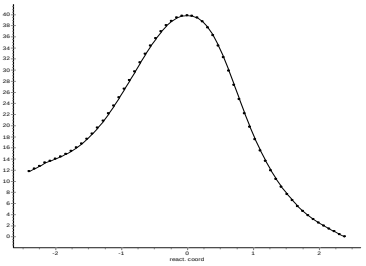
*[(a)]Université de Tunis El Manar, Unité de recherche de Modélisation en Sciences Fondamentales et Didactiques – Equipe de chimie théorique*
e-mail address: aliamejri_2007@yahoo.fr

The biphilie of phosphorus atom is a subject of controversy regarding the manner in which both nucleophilic and electrophilic characters are involved. Only theoretical calculations are able to provide some answers to this problem. That's why it seemed interesting to study reaction mechanism of additing mobile hydrogen compounds, on phospholanes, which are tri-coordinated phosphorus compounds **[1]**.




**Schema 1:** Oxidative addition of methylamine on phospholane

The mechanism of this reaction has been studied by the IRC method that allowed drawing its energy profile, using DFT calculations.



**Schema 2:** Energetic profile of methylamine's oxidative addition on phospholane

The detailed analysis of changes in internal coordinate's reagents according to the coordinate of the reaction showed that the reaction, although concerted, is performed in several sequences. The first and the last one involve electrophilic potential of phosphorus while intervening sequences attests on its nucleophilic character.

**Key words:** Biphilie, IRC, energetic profile, DFT.

## References:

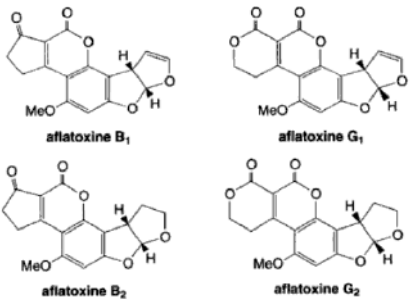
**[1]** Outaf Fliss, Rachida Bessrour, Bahoueddine Tangour; Theoretical DFT study of 1,3,2-dioxa-phosphoranes formation by oxidative addition of methanol on monocyclic phospholanes; Journal of Molecular Structure; 2005.

# Analyse des Aflatoxines par HPLC/FLD via la complexation avec des cyclodextrines modifiées

A. Zaatour[1], S. Hbaieb[1], R. Kalfat[1]

*1- Laboratoire Méthodes et Techniques d'Analyse, Institut National de Recherche et d'Analyse Physico-chimique, 2020-Sidi Thabet, Tunisie.*

Les aflatoxines (AFB1, AFB2, AFG1 et AFG2) sont considérées comme étant les plus cancérigènes parmi les substances naturelles toxiques. Ces molécules de structure bifurano-coumarines se présentent sous forme de trace dans le milieu où elles se trouvent et leur analyse par HPLC couplée à la fluorescence nécessite une étape de dérivatisation chimique des doubles liaisons terminales des dihydrofuranes dans B1 et G1. Ces dérivatisations peuvent avoir lieu en précolonne (par l'acide Trifluoroacétique TFA) ou en post colonne (par l'iode ou l'ion pyridinium ou encore du brome généré électrochimiquement).
Chacune de ces méthodes présente des limitations et des inconvénients liés à la toxicité du réactif ou l'instabilité du produit généré. Les cyclodextrines (CD) se présentent sous forme macrocyle permettant la complexation par inclusion d'un grand nombre de molécules hydrophobes présentent une bonne alternative s'ils permettent d'exalter la fluorescence de ces molécules. La fluorescence de l'AFB1 et AFG1 est sensiblement améliorée quand ils sont traités avec des cyclodextrines [1,2]. Dans ce travail, nous nous proposons d'améliorer la détection des Aflatoxines par complexation avec des cyclodextrines modifiées par greffage d'une espèce fluorescente.




Structure chimique des Aflatoxines

L'analyse des Aflatoxines a été menée par HPLC/FID en présence de β-cyclodextrine native et modifiée dans un mélange eau-méthanol-acétonitrile à température ambiante. Les analyses montrent que la fluorescence augmente grâce à la formation d'un complexe d'inclusion soluble. Une étude comparative de la complexation dans le même milieu avec les cyclodextrines natives et modifiée a été menée. Les constantes de formation ont été calculées grâce à une approche théorique de la méthode de Job. Les résultats montrent que la constante de formation du complexe formé avec la β-CD native est plus faible que celle avec la β-CD modifiée.

[1] G. Zhilong, and Z. Zhujun, Microchimica Acta, 126 (1997)325–328.
[2] C. Dall'Asta, G. Ingletto, R. Corradini, G. Calaverna and R. Marchelli, Journal of inclusion phenomena and Macrocyclic Chemistry, 45 (2003) 257-263

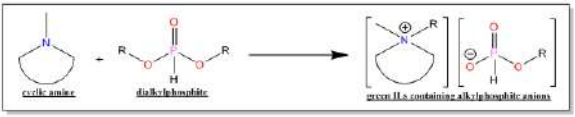
# Synthèse de nouveaux liquides ioniques : solvants alternatifs pour la dissolution de la biomasse et l'extraction des métaux toxiques et terres rares.

Ramzi Zarrougui [a], Raouf Medimagh [b].

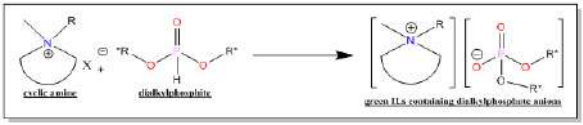
[a] *Pôle Technologique - Sidi Thabet / Laboratoire Méthodes et Techniques d'Analyse. Institut National de Recherche et d'Analyse Physico-Chimique / TUNISIE.*
[b] *Pôle Technologique - Sidi Thabet / Laboratoire des Substances Naturelles Biopolymères. Institut National de Recherche et d'Analyse Physico-Chimique et formulation / TUNISIE.*

Les liquides ioniques sont des sels fondus dont le point de fusion est inférieur à 100°C. Constitués uniquement d'ions, leur structure et donc leurs propriétés physico-chimiques sont totalement différentes de celles des solvants organiques usuels [1]. Ils sont caractérisés par une faible tension de vapeur, permettant un recyclage facile et limitant les émissions de composés organiques volatils, ce qui leur a valu la dénomination de « solvants verts » [2]. Dans ce contexte on se propose de présenter dans ce travail, la synthèse d'une nouvelle série de liquides ioniques aprotiques à base d'anion de type alkylphosphite et dialkylphosphate qui a été réalisée selon les deux volets suivants :

1) L'alkylation de l'amine tertiaire par le dialkylphosphite :




2) La réaction de métathèse entre le précurseur d'ammonium quaternaire et le dialkylphoshite en milieu oxydant :




.

Ces liquides ioniques ont montrer un bon potentiel pour la dissolution de la biomasse (cellulose, chitine, chitosane : ~10 à environ 35% en masse) et l'extraction quantitative liquide-liquide de quelques métaux toxiques et terres rares [$Cd^{2+}$ (%E=80), $Hg^{2+}$(%E=99), $UO_2^{2+}$(%E=50 à 90), $Ce^{4+}$(%E=95)….)].

La synthèse facile à faible coût fait de ces composés un candidat très intéressant pour les applications chimiques qui contribuent à la protection de l'environnement.

**Références:**

[1] Zhang, X.; Lu, Q.; Zhou, X.; Li X. and Zhang, S. Li. Ionic Liquids: physicochemical properties (**2009**)
[2] Acree, W.; E. and Grubbs, L. M. Analytical Applications of Ionic Liquids (**2012**)

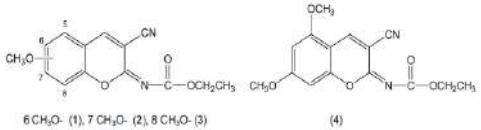
# ETUDE DES PROPRIETES PHOTOPHYSIQUES D'UNE SERIE DE *N*-ETHOXYCARBONYL IMINOCOUMARINES ET ELABORATION DE MICROFIBRES

Nihel ABID JARRAYA[a], Hamida TURKI-GUERMAZI[a], Souhir ABID[a] et Suzanne FERY-FORGUES[b]

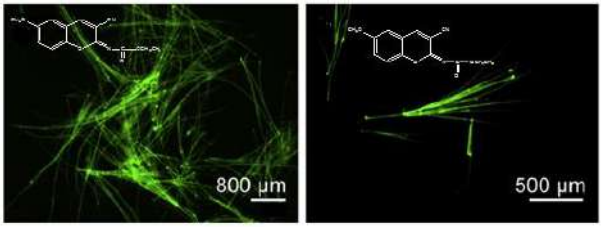
[a]*Laboratoire de Chimie Appliquée: Hétérocycles, Corps Gras et Polymères, Faculté des Sciences de Sfax, 3038 Sfax, Tunisia.*
[b]*ITAV, USR CNRS 3505- Centre Pierre Potier, 1 Place Pierre Potier Oncopôle entrée B, BP 50624, 31106 Toulouse Cedex 1,*
[b]*Université de Toulouse; IMRCP-UMR 5623; F31062 Toulouse, France.*

Les micro- et nano-particules organiques sont actuellement des matériaux très recherchés en raison de leurs multiples applications dans divers secteurs. Les micro-particules pourraient jouer le rôle de photocatalyseurs, sondes luminescentes, pigments, toners et colorants pour affichage [1,2].

Dans la présente communication, nous rapportons l'étude des propriétés optiques à l'état liquide et solide d'une série de quatre iminocoumarines *N*-éthoxycarbonylées diversement substituées. En particulier, l'iminocoumarine **4** montre une excellente efficacité de fluorescence aussi bien à l'état dissous ($\Phi$ = 0,24) qu'à l'état solide ($\Phi$ = 0,34).




La méthode de recristallisation est utilisée pour élaborer des microfibres à partir de ces iminocoumarines. L'étude réalisée par spectroscopies d'absorption UV/Visible et de fluorescence, microscopie de fluorescence, microscopie électronique à balayage nous a permis d'établir une corrélation entre la structure des molécules, la morphologie des microfibres et l'efficacité de fluorescence.




[1] Kim, H. Y.; Bjorklund, T. G.; Lim, S.-H., Bardeen, C.J. *Langmuir* **2003**, 19, 3941-3946.
[2] Jinshui, L.; Lun, W.; Feng, G.; Yongxing, L.; Yun, W. *Anal. Bioanal. Chem.* **2003**, 377, 346-349.

# CARACTERISATION PAR COUPLAGE GC/MS DES ENCRES D'IMPRESSION DES EMBALLAGES ALIMENTAIRES

Meriem CHERIF LAHIMER[a], Jalel HORRICHE[b] and Naceur AYED[c]

*[a)] INSAT (a)*
*[b)] PACKTEC (b)*
*[c)] INSAT (c)*

Les emballages alimentaires tiennent une place de choix dans la chaîne qui relie le produit à l'utilisateur. Ils constituent aujourd'hui un enjeu majeur tant pour les fabricants eux-mêmes que pour les entreprises agroalimentaires.
Notre étude s'est intéressée à l'analyse par chromatographie GC/MS des encres d'impression des emballages métalliques et plastiques des produits alimentaires.
On a donc exposé le protocole à suivre pour l'identification des encres pures ou extraites des emballages : traitements des échantillons et procédés d'extraction, techniques d'introduction dans la colonne GC/MS et optimisation du programme d'analyse.
Afin de mettre en place une réelle base de donnée des encres pour les laboratoires d'analyse et pour les professionnels de l'impression, on a soumis à l'étude plus d'une cinquantaine d'échantillons d'emballages alimentaires imprimés (sachets, bouteilles, pots de yaourt, canettes de boissons, capsules de bouteilles en verre, boîtes de conserve et étiquettes en papier) et plus d'une quarantaine d'encres d'impression (et leurs additifs).
Le couplage GC/MS est donc destiné à l'identification des composés les plus volatils entrant dans la composition des encres (les résines, les additifs divers, etc.).

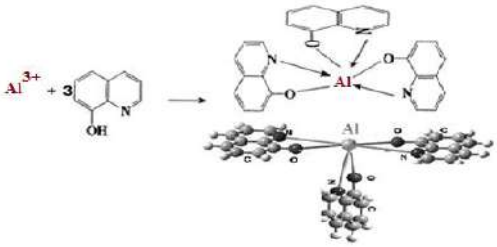
**Key words:** Encres, Emballages, GC/MS, Extraction

# DETERMINATION OF ALUMINIUM WITH 8-HYDROXYQUINOLINE IN THE HEMODIALYSIS WATERS BY LIQUID CHROMATOGRAPHY OF REVERSED PHASE POLARITY

Soumaya GHARBI[a], Bassem Jamoussi[a]

[a] *Unit of Analysis and Synthesis of Macromolecular Advanced Search, IPEST, Tunis, TUNISIA*

This study highlights the importance of using 8-Hydroxyquinoline (8-HQ) as a chelating agent in the liquid chromatography for the determination of aluminum in hemodialysis waters[1]. Dissolution of this chelating agent in the mobile phase allows direct injection of aluminum without prior derivation. The retentions then depend on both the choice of the chelating agent and the experimental conditions related to the nature and composition of the mobile phase[2]. Our results show that the chromatography by polar reversed phase technique on spectrophotometric detection in the ultraviolet (UV) enables quantitative analysis of aluminum. The detection limit was 0.3 ng for an injection of 20 µL.




Suggested reaction of Al(III) with 8-HQ to $Alq_3$ complex

**Key words:** Aluminum , 8-Hydroxyquinoline , HPLC , Hemodialysis water

**References**

**[1]** T. Petitclerc. ; Hemodialysis: present and future; ITBM-RBM ; (2001) ; 22 : 261
**[2]** M.Pinta, Detection and determination of trace elements, Dunod, Paris, 1962.

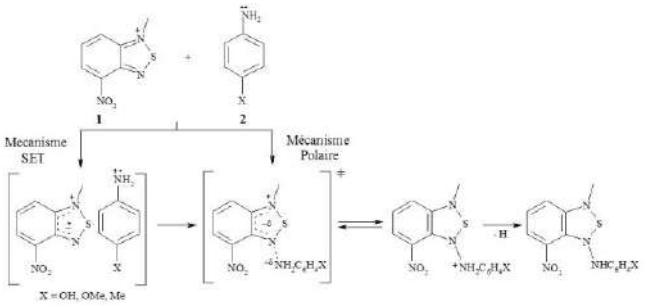
# CORRELATION NON LINEAIRE DE MAYR ET QUANTIFICATION DE L'ELECTROPHILIE DU 4-NITROBENZOTHIAZOLE *N*-METHYLE

Saida Ben SALEH [a], Taoufik BOUBAKER[a], Régis GOUMONT[b]

[a]*Laboratoire de Chimie Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivité*
*Faculté des Sciences de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019 Monastir, Tunisie.*
[b]*Laboratoire I.R.E.M, Institut Lavoisier-Franklin*
*Université de Versailles, 45, Avenue des Etats-Unis, 78035 Versailles Cedex, France.*

Récemment, notre Laboratoire a montré que la formation de la liaison C-N issue de l'addition des anilines 4-X-substituées sur des oléfines activées s'intègre bien dans l'échelle universelle de réactivité de *Mayr*. Cette découverte nous a incités à utiliser ces anilines pour chiffrer l'électrophilie du 4-nitrobenzothiazole *N*-méthylé **1**.

Nous rapportons dans la présente communication, l'étude cinétique approfondie de la réaction de couplage du 4-nitrobenzothiazole *N*-méthylé **1** avec une série d'anilines *para*-X-substituées (X = OH, OMe, Me, H, Cl et CN) **2a-f** dans l'acétonitrile à 20 °C. L'analyse des résultats obtenus a montré que l'application de l'équation de Mayr s'avère non linéaire avec une valeur de pente > 1, observée avec les substituants X donneurs. Un mécanisme SET (Single Electron Transfer) a été alors suggéré (Schéma I). Par ailleurs, nous montrerons que la partie linéaire du graphe (logk)/s = f(N) de Mayr a permis de quantifier la valeur du paramètre d'électrophilie E du 4-nitrobenzothiazole *N*-méthylé **1.**




**Mots clés** : Réactivité, nitrobenzothiazole, équation de Mayr, électrophilie.

## Références

[1] N. Dhahri, T. Boubaker, R. Goumont. *Int. J. Chem. Kinet.*, **2013**, 1-8.
[2] H. Mayr et M. Patz. Angew. Chem. Int. Ed. Engl., **1994**, 33, 93-957.
[3] I. Jamaoui, R. Goumont, T. Boubaker. *Int. J. Chem. Kinet*., **2012**.

# INVESTIGATIONS ON THE DEGRADATION OF TRIAZINE HERBICIDES IN WATER BY PHOTO-FENTON PROCESS

Sondos Dbira[a], Nasr Bensalah[b], Ahmed Bedoui[a]

[a)] *Department of Chemistry, Faculty of Sciences of Gabes, University of Gabes, Gabes, Tunisia*
[b)] *Department of Chemistry and Earth Sciences, College of Arts and Sciences, Qatar University, Doha, Qatar*

In this work, the degradation of 2-chloro-4,6-diamino-1,3,5-triazine in aqueous solutions by photo-Fenton process has been investigated. The preliminary results have shown that the degradation of 2-chloro-4,6-diamino-1,3,5-triazine by photo-Fenton process is more rapid and more effective than Fenton and UV/$H_2O_2$ processes. The effects of certain experimental parameters on kinetics and efficiency of the degradation of 2-chloro-4,6,-diamino-1,3,5-triazine by photo-Fenton process, have been evaluated. Under optimal conditions, photo-Fenton process achieved more than 90% of chloride release and about 30% of nitrate formation. The results of total organic carbon (TOC) and total Kjeldahl nitrogen (TKN) analyses have shown that no carbon dioxide and ammonia are formed during photo-Fenton treatment of aqueous solutions containing 40 mg/L triazine. These results indicate that only substituent groups of triazine ring are released; however, nitrogen atoms of triazine ring remain unaffected. A simple mechanism of degradation of 2-chloro-4,6-diamino-1,3,5-triazine has been proposed. The degradation starts by a rapid release of chlorine atoms as chloride ions to form 2-hydroxy-4,6-diamino-1,3,5-triazine. The amino groups of 2-hydroxy-4,6-diamino-1,3,5-triazine undergo are oxidized into nitro groups by hydroxyl radicals to form 2-hydroxy-4,6-dinitro-1,3,5-triazine which undergoes a slow release of nitro groups and their substitution with hydroxyl groups to form cyanuric acid and nitrate ions. The degradation of cyanuric acid by photo-Fenton process has also been investigated. The result of TOC and TKN analyzes show that no carbon dioxide is formed during the treatment.

**Key words:** Photo-Fenton Process, Hydroxyl Radicals, s-Triazine Herbicides, Degradation, Cyanuric Acid

# SYNTHESE ET ETUDE ELECTROCHIMIQUES D'UN NOUVEAU OLIGOMERE REDOX (FC-OMPA)

Saber Blili[a], Ayoub Haj Said[a]

*[(a)] Université de Monastir, Laboratoire des Interfaces et des Matériaux Avancés, Faculté des Sciences de Monastir, Boulevard de l'environnement 5000 Monastir.*

Au cours des dernières années, les matériaux redox-actif ont suscité un grand intérêt en raison de leurs diverses applications [1] tels que les biopiles à combustible [2], les biocapteurs [3], les batteries [4], la bioélectronique [5] et les actionneurs [6]. Le ferrocène et ses dérivés sont largement étudiés en raison de la stabilité de ses formes redox, de leur bonne réversibilité électrochimique et de la possibilité de régénération à un potentiel faible.

Dans ce cadre, nous décrivons dans ce travail, la synthèse et la caractérisation physico-chimique d'un nouveau oligomère conjugué redox : le Fc-oligo-méthoxyphényl acétonitrile (Fc-OMPA). Ce dernier peut être décrit comme un squelette d'oligophénylène ayant une chaine pendante conjuguée contenant le ferrocène comme centre redox. La synthèse de ce produit a été réalisée en deux étapes : l'oligo-méthoxyphényl acétonitrile a été préparé par électrosynthèse avant d'être modifié chimiquement selon la condensation de Knoevenagel avec le ferrocène carboxaldéhyde, conduisant ainsi au Fc-OMPA. Le produit obtenu a été caractérisé par différentes techniques spectroscopiques: RMN, FTIR et UV. De plus, la modification d'une électrode de platine (Pt) par un film de Fc-OMPA a permis la caractérisation électrochimique, par voltammétrie cyclique, de cet oligomère redox et d'examiner la possibilité de son utilisation dans le domaine des capteurs.

**Mots Clés:** Polymères redox, électrode modifiée, Ferrocène, Voltammétrie cyclique.

[1] R. Gracia, D. Mecerreyes, Polymers with Redox Properties: Materials for Batteries, Biosensors and More, Polym. Chem. 4 (2013) 2206.
[2] T. Tamaki, T. Yamaguchi, High-Surface-Area Three-Dimensional Biofuel Cell Electrode Using Redox-Polymer-Grafted Carbon, Ind. Eng. Chem. Res. 45 (2006)3050.
[3] C.G. Tsiafoulis, A.B. Florou, P.N. Trikalitis, T. Bakas, M.I. Prodromidis, Electrochemical Study of Ferrocene Intercalated Vanadium Pentoxide Xero-gel/Polyvinyl Alcohol Composite Films: Application in the Development of Amperometric Biosensors, Electrochem. Commun. 7 (2005) 781.
[4] H.K. Song, G.T.R. Palmore, Redox-Active Polypyrrole Toward Polymer-Based Batteries, Adv. Mater. 18 (2006) 1764.
[5] T.K. Tam, M. Ornatska, M. Pita, S. Minko, E. Katz, Polymer Brush-ModifiedElectrode with Switchable and Tunable Redox Activity for Bioelectronic Appli-cations, J. Phys. Chem. C 112 (2008) 8438.
[6] C. Plesse, F. Vidal, D. Teyssi_e, C. Chevrot, Conducting Polymer Artificial Muscle Fibres: Toward an Open Air Linear Actuation, Chem. Commun. 46 (2010) 2910.

# ON-LINE HIGH-PRECISION STABLE TOTAL PHENOLS ANALYSIS OXIDISED BY FOLIN CIOCALTEU

Rim Driouich Chaouachi, Manel Ben Taleb, Samia Zouaoui, Ameur Cherif

*Laboratory of Biotechnology and Valorization of Bio-Geo Resources.*
*Institut Supérieur de Biotechnologie de Sidi Thabet*
*University of Manouba, Tunisia*

This study deals with a new methodology of an on-line oxidation of the total phenolic compounds and Visible Spectrophotometric quantification, utilizing continuous flow technique. The pumped carrier was composed of an aqueous solution of Folin Ciocalteu and sodium carbonate reagents, carrying the injected sample through the reaction coil for oxidation, before reaching the Visible Spectrophotometer for detection. Flow rate of the carrier, concentrations of used reagents and coil temperature were optimized for total quantification of standard Gallic acid in the concentration range of 10 - 50 $mgL^{-1}$. The developed method has shown an excellent precision, accuracy and correlation with detection going less than 1 $picog.L^{-1}$. It was applied for the assay of phenols grapes extract and their degradation study. The on-line quantification method has a number of significant advantages over conventional off-line phenolic compounds determination; the antioxidant power of several samples using 10 μL volume and within 6 min per sample has been achieved.

**Key words:** On-line Analysis, Phenolic compound, Folin Ciocalteu.

## References

[1] COMPENDIUM OF INTERNATIONAL METHODS OF ANALYSIS - OIV Folin-Ciocalteu Index OIV- MA-AS2-10, R 2009.

[2] Gonzalez-Rodryguez, J., P. Perez-Juan and M.D. Castro. Method for simultaneous determination of total polyphenol and anthocyan indexes in red wines using flow injection approach. Talanta, 56:53659, 2002.

# Evolution of polyelectrolytes structure with organic solvent's treatment

Wifek RAISSI[a], Wafa ESSAFI[a], François BOUE[b]

[a)] *Laboratoire des Substances Naturelles, INRAP, Pôle technologique de Sidi Thabet, 2020 Sidi Thabet Tunisie*
[b)] *Laboratoire Laboratoire Leon Brillouin, UMR 12 CNRS - IRAMIS CEA Saclay, 91191 Gif Sur Yvette Cedex, France*

A polyelectrolyte is a polymer carrying electrostatic charges in water. The solubility of polyelectrolytes in water opens applications in medicine, biology, food industry, oil, cosmetics... Any application of these systems needs an understanding of their thermodynamic and structural properties. That's why they have been the subject of many active academic and industrial researches. [1]
In this work, we are interested to investigate the effect of treatment with an organic solvent (THF) (i.e. it consists to first add to water, THF, which is then evaporated and replaced by the same amount of water), on the physicochemical properties (viscosity and effective charge) of an hydrophobic polyelectrolyte: poly (styrene sulfonate-co-sodium styrene sulfonate), called PSSNa and an hydrophilic polyelectrolyte (poly (acrylamide-co-acrylamido-methylpropane sulfonate), called AMAMPS by viscosimetry and osmometry.

Viscosity measurements carried out on hydrophobic polyelectrolytes aqueous solutions treated with THF showed a remarkable decrease in reduced viscosity and subsequently a decrease in the intrinsic viscosity. However for the hydrophilic polyelectrolytes, the intrinsic viscosity remains independent with treatment and so they don't form hydrophobic aggregates that are likely to dissolve with THF treatment.
We have also verified by osmometry that the effective charge of hydrophobic polyelectrolytes doesn't vary with THF treatment. So, the decrease in intrinsic viscosity in the case of hydrophobic polyelectrolyte is attributed to the irreversible dissolution of hydrophobic aggregates [2].

For hydrophilic polyelectrolyte, the effective charge and intrinsic viscosity don't vary with THF treatment.

**Key words:** Polyelectrolyte , Hydrophobicity, effective charge, Viscosity, Osmometry.

**References**

[1] Andrey V. Dobrynin, M.Rubinstein,; Prog. Polym. Sci. 30 (2005)
[2] Wafa ESSAFI, Wifek RAISSI, Amira ABDELLI and François BOUE, accepté in J. Phys. Chem. B 2014, dx.doi.org/10.1021/jp505852g |

# CONTRIBUTION A L'ETUDE THERMOCHIMIQUE ET CINETIQUE DE L'ATTAQUE ACIDE SULFO-PHOSPHORIQUE DE PHOSPHATES NATURELS

Olfa ZAMOURI, Khémaiès BRAHIM, Ismail KHATTECH

*Laboratoire de thermodynamique Appliquée (LR01SE10), Département de Chimie, Université de Tunis EL Manar, Faculté de Sciences, 2092 Tunis EL Manar*

Dans l'industrie tunisienne l'attaque des phosphates naturels s'effectue par un mélange d'acides sulfurique et phosphorique pour produire l'acide phosphorique ou par ce dernier acide pour synthétiser les engrais phosphatés. Le processus d'attaque des phosphates naturels par le mélange d'acides commence par un phénomène rapide. Pour le modéliser, plusieurs travaux cinétiques et thermodynamiques ont été réalisés par notre équipe avec différentes concentrations d'acides sur un phosphate synthétique pris comme référence en l'occurrence la fluorapatite.

Dans le présent travail nous avons entrepris l'étude de l'attaque d'un phosphate naturel marchand (PN) par le mélange d'acides industriels(*). La dissolution du phosphate naturel est effectuée à l'aide d'une solution de composition proche de celle utilisée par industrie de fabrication de l'acide phosphorique (Groupe Chimique Tunisien). Cette solution contient 20 % en volume d'acide sulfurique (à 96 % en masse d'acide) et 80 % d'une solution d'acide phosphorique à 20% en masse de $P_2O_5$.

Les expériences calorimétriques ont été réalisées dans un calorimètre de réaction différentiel (DRC) à 25°C, où des masses croissantes de PN ont été attaquées par la même quantité de liquide. L'exploitation des résultats montre que le tracé de la quantité de chaleur ΔH, calculée par intégration du signal brut, en fonction de la masse de PN introduite, présente trois segments de droite, correspondant chacun à une gamme particulière de masse de solide dissous. Ainsi trois domaines ont été définies, notées respectivement **a**, **b** et **c**. Les solides récupérés, après attaque du PN dans ces trois domaines, ont été caractérisés par DRX et IR. Pour le domaine « **a** » le précipité qui se forme est l'hémihydrate ($CaSO_4.1/2H_2O$ : HH). Dans le domaine « **b** » on observe la précipitation simultanée du HH et du di-hydrate ($CaSO_4.2H_2O$ : DH). Dans le domaine « **c** » seul le DH précipite.

(*) Les acides ainsi que le phosphate naturel ont été fournis par la société de production de l'acide phosphorique SIAP.

# ETUDE THERMOCHIMIQUE ET CINETIQUE DE L'ATTAQUE PHOSPHORIQUE D'UN PHOSPHATE NATUREL TUNISIEN

Amira Soussi-Baatout, Khemaies Brahim et Ismail Khattech.

*Laboratoire de Thermodynamique Appliquée (LR01SE10), Département de Chimie, Université de Tunis El Manar, Faculté des Sciences de Tunis.*

La fabrication du superphosphate (TSP) est basée sur l'attaque des phosphates naturels par l'acide phosphorique. Pour modéliser cette réaction d'attaque, nous avons suivi par un calorimètre de réaction différentiel (DRC) la dissolution dans l'acide phosphorique industriel d'un phosphate naturel (PN) issu de la région de Gafsa. Ce dernier a été caractérisé minéralogique et chimique en utilisant la diffraction des rayons X, la spectroscopie infrarouge, l'analyse thermogravimétrique (ATG) et l'analyse chimique.

L'étude thermochimique de la réaction d'attaque s'est portée sur la mesure de la quantité de chaleur mise en jeu lors de l'attaque d'une quantité variable de phosphate naturel par la même masse d'acide phosphorique industriel (100 g), à 25°C pour trois concentrations de la solution acide (20%, 25% et 30% en masse de $P_2O_5$). Le tracé de la quantité de chaleur $\Delta H$ mesurée par intégration du signal brut, en fonction de la masse de PN, présente trois segments de droite correspondant chacun à une gamme particulière de masse du solide dissous et ce, quelle que soit la concentration de l'acide industriel. Ainsi, trois zones ont été définies, notées respectivement **a**, **b et c**. Chaque zone correspond à un mécanisme réactionnel bien défini.

Ainsi, l'enthalpie de dissolution du phosphate naturel dans l'acide phosphorique, la solubilité du TSP et son enthalpie de précipitation ont été déduites à partir des segments des droites obtenues dans les zones (a) et (b) pour les trois concentrations étudiées.

L'étude thermochimique a été complétée par une investigation cinétique de la réaction l'attaque. L'approche a été réalisée en faisant varier les paramètres expérimentaux suivants :

- le rapport liquide/solide (L/S),
- la concentration de la solution acide (C),
- la température (T),
- la vitesse d'agitation (VA),
- la granulométrie (G).

En faisant varier le rapport liquide/solide, les résultats obtenus présentent trois domaines de variation de la vitesse de la réaction. Chaque domaine correspond à une gamme particulière de ce rapport.

**Domaine 1 :** défini pour $125 \leq L/S \leq 262$, correspondant aux masses de la zone « a », la vitesse de la réaction d'attaque diminue lorsque le rapport, L/S, augmente.

**Domaine 2 :** pour $12 \leq L/S \leq 125$, pour la gamme des masses de PN de la zone « b », la vitesse de la réaction augmente avec ce rapport.

**Domaine 3** : qui contient le rapport industriel (L/S=3) est défini pour $10 \leq L/S \leq 3$. Pour ce domaine la vitesse de la réaction diminue, comme dans le cas du domaine 1, avec le rapport L/S.

Ces changements de variation de la vitesse avec le rapport L/S ont été attribués à des modifications du mécanisme réactionnel.

Concernant l'effet de la température (T), de la concentration (C) et la vitesse d'agitation (VA), les résultats obtenus montrent que la vitesse de la réaction augmente avec ces paramètres. En revanche, la vitesse d'attaque diminue avec l'augmentation de la granulométrie (G).

Par ailleurs, en utilisant des modèles cinétiques des réactions hétérogènes, il a été possible de montrer que la réaction d'attaque est gouvernée par un phénomène diffusionnel. Ce résultat est corroboré par la faible valeur de l'énergie d'activation déterminée, qui est de 24,85 kJ mol˙1, pour la réaction d'attaque du PN étudié.

# DETERMINATION DE GRANDEURS THERMOCHIMIQUES DE FLUORAPATITES CARBONATEES CALCO-MAGNESIENNES

Houda CHIHI, Ismail KHATTECH

*Laboratoire de thermodynamique Appliquée (LR01SE10), Département de Chimie, Université de Tunis EL Manar, Faculté des Sciences, 2092 Tunis EL Manar*

Dans ce travail on s'intéresse à la synthèse et à l'étude des modifications des propriétés physico-chimiques et thermochimiques induites par la substitution simultanée des ions $Ca^{2+}$ par les ions $Mg^{2+}$ et des ions $PO_4^{3-}$ par $CO_3^{2-}$ dans la fluorapatite. Dans ce contexte, une série de fluorapatites carbonatées calco-magnésiennes a été synthétisée par précipitation selon la voie « directe ». Dans une première approche, nous avons fait varier le rapport R= $[CO_3^{2-}]/[PO_4^{3-}]$ du milieu réactionnel pour une concentration constante des ions $Mg^{2+}$ de la solution cationique.

La diffraction de rayon X et la spectroscopie infrarouge ont été utilisées pour contrôler la pureté des produits de synthèse. L'analyse par spectroscopie d'émission atomique (ICP) des éléments Ca, Mg et P, ainsi que le dosage du fluor par potentiométrie et des carbonates par thermogravimétrie ont permis de déterminer les formules chimiques des apatites synthétisées. Ainsi, ces dernières obéissent à la formule générale suivante :

$$\mathbf{Ca_{10-y-x+u}Mg_y(PO_4)_{6-x}(CO_3)_xF_{2-x+2u}}$$

L'étude calorimétrique de la dissolution de ces phosphates en milieu acide a été réalisée à l'aide d'un calorimètre isopéribolique. Pour remonter aux enthalpies de formation de ces produits et en utilisant la réaction de dissolution de ces derniers, un cycle thermochimique a été convenablement choisi. Ce dernier fait intervenir des réactions de formation et de dissolution dans le même solvant de substances connues. La combinaison des résultats de mesure avec ceux tirés de la littérature a permis de calculer les valeurs des enthalpies de formation des fluorapatites carbonatées calco-magnésiennes synthétisées. Une corrélation entre la grandeur enthalpique de ces phosphates et les taux de substitution en magnésium et en carbonates a pu être dégagée.

# CONTRIBUTION A L'ETUDE THERMOCHIMIQUE ET CINETIQUE DE L'ATTAQUE SULFURIQUE D'UNE FLUORAPATITE

Hadir AOUADI, Kais ANTAR, Ismail KHATTECH

*Laboratoire de thermodynamique Appliquée (LR01SE10), Département de Chimie, Université de Tunis EL Manar, Faculté de sciences, 2092 Tunis EL Manar*

La fabrication des engrais phosphatés et de l'acide phosphaté par voie humide s'effectue par l'attaque des phosphates naturels par l'acide sulfurique et/ou l'acide phosphorique. Ces acides peuvent être introduits soit simultanément, soit successivement [1].

Au sein de notre équipe, Brahim et al. [2] ont utilisé un calorimètre C-80 de SETARAM pour suivre l'aspect thermochimique et cinétique de la dissolution d'une fluorapatite (Fap) dans l'acide phosphorique à différentes concentrations [2-4]. Par ailleurs, Antar et al. [3, 5, 6] ont suivi l'attaque sulfo-phosphorique d'une Fap à différentes températures.

Dans ce travail, nous nous proposons d'étudier par microcalorimétrie des aspects cinétique et thermochimique de l'attaque sulfurique d'une Fap synthétique. Les expériences ont été menées à 25°C avec une solution à 10% en $H_2SO_4$, en faisant varier la masse de Fap attaquée.

Le tracé des droites d'Avrami permet de mettre en évidence l'apparition au cours du temps de deux domaines correspondants à deux phénomènes successifs, qui ont été attribués respectivement à la dissolution de la Fap et à la précipitation de sulfate de calcium anhydre ($CaSO_4$). Ce dernier a été mis en évidence par diffraction des rayons X.

Afin de comparer la valeur de l'enthalpie de la réaction globale déterminée (-371,3 kJ $mol^{-1}$) à la somme des enthalpies de dissolution de la Fap et de la précipitation de $CaSO_4$. Des expériences, réalisées dans les mêmes conditions, ont été effectuées pour déterminer expérimentalement l'enthalpie de précipitation de $CaSO_4$.

[1] P. Becker, Phosphates and phosphoric acid, Marcel Dekker, 1989.
[2] K. Brahim, I. Khattech, J.P.Dubès, M. Jemal, Thermochimica Acta, 436 (2005) 43-50.
[3] K. Antar, K. Brahim, M. Jemal, Thermochimica Acta, 449 (2006) 35-41.
[4] K. Brahim, K. Antar, I. Khattech, M. Jemal, Ann. Chim. Sci. Mat., 31(5) (2006) 611-620.
[5] K. Antar, M. Jemal, Thermochimica Acta, 452 (2007) 71-75.
[6] K. Antar, M. Jemal, Thermochimica Acta, 474 (2008) 32-35.

# DIAGRAMME DE PHASES LIQUIDE-VAPEUR DU SYSTEME BINAIRE N,N-DIMETHYLACETAMIDE-METHANOL ET CALCUL DES GRANDEURS D'EXCES

Mrad Sahar, Hichri Monia et Khattech Ismail

*Université de Tunis El Manar, Faculté des Sciences de Tunis, LR01SE10, Laboratoire de Thermodynamique Appliquée, Département de Chimie, 2092 Tunis, Tunisie.*

Nos travaux se situent dans le cadre des recherches en thermodynamique des solutions. Nous essayons de développer des outils et des méthodes permettant de comprendre le comportement de différents mélanges et d'établir des modèles thermodynamiques prédictifs.

Nos procédures sont concentrées à l'étude des diagrammes de phases, qui permettent d'accéder à certaines grandeurs d'excès. Nous avons alors tracé le diagramme de phases liquide-vapeur sous pression atmosphérique du système binaire N,N-diméthylactéamide-méthanol par ébulliométrie. Le diagramme de phases isobare obtenu se présente sous forme de fuseau. Les compositions des phases en équilibres ont été déterminées par mesure de leurs indices de réfraction.

En exploitant les données relatives aux différents équilibres, on a pu calculer les coefficients d'activités et les activités aux températures d'équilibre de chaque constituant en utilisant l'égalité des potentiels chimiques et en supposant que la phase vapeur est parfaite.

Les expressions donnant la variation de l'enthalpie molaire de mélange en fonction de la composition, puisées dans la littérature, ont permis d'accéder aux coefficients d'activité de chaque constituant aux températures 298,15 K et 313,15 K. Ces derniers permettent le calcul de l'enthalpie libre molaire d'excès. L'entropie molaire d'excès est alors déduite.

Pour les deux températures étudiées, l'enthalpie libre molaire d'excès est négative et ce sur tout le domaine de composition. Le mélange binaire à ces deux températures se stabilise suite à la formation de liaisons hydrogène entre les deux constituants. L'augmentation de la température semble stabiliser davantage le liquide binaire. Ce travail sera complété par la recherche d'un modèle adéquat permettent de décrire le système étudié.

**Mots clés :** activités, coefficients d'activités, enthalpie libre d'excès, équilibre liquide-vapeur, interactions moléculaires, indice de réfraction

# CONTRIBUTION A L'ETUDE DU DIAGRAMME DE PHASES DU SYSTEME BINAIRE ISOBARE ($KNO_3$+$TlNO_3$)

Dhouha.Rtibi, Dalila.Hellali et Hmida.Zamali

*Laboratoire de thermodynamique Appliquée, Département de chimie, Université de Tunis EL Manar, Faculté des sciences, 2092 Tunis EL Manar*

Les nitrates alcalins présentent un grand intérêt du fait de leur large domaine d'application. Ils sont utilisés comme bains de sels fondus, pour la conservation des aliments, dans le domaine de l'énergie renouvelable et comme engrais chimiques…

A cause de leurs températures de fusion relativement faibles et leurs enthalpies de fusion relativement élevées, les nitrates alcalins sont considérés de bons matériaux pour le stockage et le transfert de l'énergie solaire.

L'étude des diagrammes de phases binaire et d'ordre supérieur présente une grande importance. En effet, les diagrammes de phases permettent de connaître les compositions des mélanges qui présentent des températures de fusion basse (composition eutectique). Cependant on note souvent, une dispersion des résultats expérimentaux rapportés par divers auteurs pour le même système. Dans ce cadre, nous avons repris l'étude du système binaire KNO3-TlNO3 en utilisant l'analyse thermique simple et différentielle simultanées (ATS/ATD), la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et la diffraction des rayons X (DRX).

Les résultats obtenus pour diverse compositions ont permis de donner une nouvelle représentation du diagramme de phases.

**Key words**: système binaire isobare, nitrate de potassium, nitrate de thallium, diagramme de phases

# CONTRIBUTION A L'ETUDE DU DIAGRAMME DE PHASES DU SYST7ME BINAIRE ISOBARE A BASE DE NITRATES DE LITHIUM ET DE THALLIUM

Sana KEFI, Dalila HELLALI et Hmida ZAMALI

*Laboratoire de Thermodynamique Appliquée, Département de chimie, Université de Tunis EL Manar, Faculté de sciences, 2092 Tunis EL Manar*

Les nitrates de métaux alcalins ainsi que leurs mélanges présentent des propriétés qui leurs permettent d'être utilisés dans le stockage et le transfert de l'énergie solaire, en génie militaire comme explosifs, dans l'industrie des engrais chimiques, de plus, en raison de leurs températures de fusion relativement basses, ils sont souvent utilisés comme bains de sels fondus en métallurgie, en calorimétrie et en électrochimie.

La création de banques de données spécialisées a suscité la reprise de certains travaux en vue de déterminer certaines propriétés physico-chimiques d'une part et de résoudre la divergence des résultats expérimentaux rapportés par divers auteurs d'une autre part, en particulier les diagrammes de phases, dans ce cadre, nous avons repris l'étude de diagramme de phases du système binaire (Li,Tl) $NO_3$, en utilisant les analyses thermiques directe et différentielle simultanées, la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et la diffraction des rayons X .

L'ensemble des résultats obtenus ont permis de tracer une meilleure représentation du diagramme de phases mettant en évidence la présence d'un seul point invariant.

**Mots clés** : nitrates alcalins, diagramme de phases, Grandeurs thermodynamiques.

# ETUDE CINETIQUE DU PROCESSUS DE BIOSORPTION DU Co(II) PAR LES COQUILLES D'AMANDE

Salwa Ayed, Yasser Hannachi, Ali Ghorbel et Taoufik Boubaker

*Laboratoire de Chimie Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivité (C.H.P.N.R)*
*Faculté des Sciences de Monastir, 5019 Monastir, Tunisie*

La communication que nous présentons est consacrée à une étude du processus de rétention des cations Co(II) par biosorption sur les coquilles d'amande. Après avoir justifié les choix de l'adsorbant et du cation métallique nous présenterons la méthode utilisée pour l'analyse expérimentale et les résultats obtenus de l'interaction métal-adsorbant.

Comme nous le verrons l'effet des paramètres opératoires (pH, masse de l'adsorbant, le temps de contact, température et la concentration initiale) sur la biosorption de Co(II) a été effectué. Les isothermes d'adsorption de Co(II) par les coquilles d'amande ont été modélisées par les équations de Langmuir et Freundlich. Les résultats obtenus ont confirmé que le modèle de Langmuir est le plus adéquat pour décrire le processus de rétention des cations Co(II) par ce résidu naturel. La capacité d'adsorption maximale a été trouvée de l'ordre de 30,6 mg/g à pH 5 et 20 °C. La valeur de l'énergie moyenne calculée à partir du modèle Dubinin–Radushkevich (D-R) pour les coquilles d'amande est 10,86 kJ/mol ce qui suggère que la rétention des cations Co(II) procède selon un mécanisme d'échange d'ions. Les paramètres thermodynamiques ont été également déterminés et l'analyse des résultats a montré que le phénomène de biosorption est spontané et exothermique. Nous montrerons, par ailleurs, qu'une comparaison des résultats obtenus avec ceux rapportés dans la littérature permet la valorisation de ce type de résidu naturel.

**Mots clés:** Biosorption, cobalt, cinétique, isotherme de Langmuir, modèle de Dubinin-Radushkevich.

**References**

[1] F. Fang, B. Sun, Z. Jin , J. Wang, X. Huang, J. Liu. J Hazard Mat., **2014**, 270, 1-10.
[2] M. Kazmi, N. Feroze, S. H. Javed. Korean J Chem Eng., **2011**, 28, 2033-2040.

# CONTRIBUTION A UNE MODELISATION DE LA CORRELATION ENTRE LES PARAMETRES D'ARRHENIUS RELATIFS A LA VISCOSITE POUR CERTAINS SOLVANTS PURS.

A. Messaâdi[a], N. Dhouibi[a], H. Hamda[b], N.A. Al-Omair[c], N. Ouerfelli[d], A.H. Hamzaoui[a].

*[a)] Laboratoire de Valorisation des Matériaux Utiles, Centre National des Recherche en Sciences des Matériaux, B.P.95, 2050 Borj Cédria Hammam Lif, Tunisia.;*
*[b)] Laboratoire d'Ingénierie Mathématique, Ecole Polytechnique de Tunisie, Université de Carthage, Rue El Khawarizmi, B.P.743, 2078 La Marsa, Tunisia.*
*[c)] University of Dammam, Department of Chemistry, College of Science, P.O. Box 1982, Dammam 31441, Saudi Arabia.;*
*[d)] Université de Tunis El Manar, Laboratoire Biophysique et de Technologies Médicales LR13ES04, Institut Supérieur des Technologies Médicales de Tunis, 9 Avenue Dr. Zouhaier Essafi 1006 Tunis, Tunisie.;*

L'estimation et la connaissance des propriétés de transport des fluides sont essentielles pour les transferts de chaleur et les débits massiques. La viscosité est l'une des propriétés importantes qui sont affectés par la température et la pression [1-3].

Dans le présent travail, basé sur l'utilisation de techniques statistiques pour l'analyse de régression et des tests de corrélation statistique, nous proposons une équation modélisation de la relation entre les deux paramètres de viscosité équation d'Arrhenius type, tels que l'énergie Arrhenius (*Ea*) ou le facteur pré-exponentiel (*As*). En outre, nous introduisons un troisième paramètre intéressant, appelé température Arrhenius ($T_A$), pour enrichir la discussion.

La validation empirique en utilisant une cinquantaine de données de la littérature de solvants purs et étudiés à différentes plages de température donne d'excellents résultats statistiques qui nous permettent de redéfinir l'équation d'Arrhenius à l'aide d'un seul paramètre au lieu de deux. En outre, le modèle proposé est très utile pour les données techniques et permet aussi d'estimer un paramètre non disponible quand le second est disponible.

**Key words:** viscosité, liquide pur, température d'Arrhenius, corrélation, Statistiques.

## References

[1] J.V. Herráez, R. Belda, O. Diez, M. Herráez. J. Solution Chem. 37 (2008) 233–248.
[2] Hichri, D. Das, A. Messaâdi, E.S. Bel Hadj Hmida, N. Ouerfelli, I. Khattech. Phys. Chem. Liq. 51 (2013) 721–730.
[3] D. Das, A. Messaâdi, N. Dhouibi, N. Ouerfelli, A.H. Hamzaoui. Phys. Chem. Liq. 51 (2013) 677–685.

# ACTIVITE ANTI-CORROSIVE DES EXTRAITS DE QUELQUES PLANTES DU SUD TUNISIEN CONTRE LA CORROSION DE L'ACIER EN MILIEU ALCALIN

Naceur Etteyeb[a], Marwa Trimeche[a,b], Mehrez Romdhane[b]

[a] *Université de Gabes, Institut Supérieur de Biologie Appliquée de Médenine, Route el Jorf-km 22,5-4119 Médenine, Tunisie*
[b] *Université de Gabes, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gabes, Avenue Omar Ibn El Khattab, Zirig 6029, Gabes, Tunisie*
naceur.etteyeb@gmail.com

Ce travail présente l'étude du pouvoir inhibiteur des extraits éthanoliques de quelques plantes de notre région aride (Sud Tunisien) vis-à-vis de la corrosion de l'acier en milieu simulant la solution interstitielle du béton chloruré.
L'étude a été menée par l'application des méthodes électrochimiques (Courbes de polarisation E=f(i) et spectroscopie d'impédance électrochimique EIS) complétée par la méthode gravimétrique (perte de masse).
La méthode d'extraction adoptée dans ce présent travail est la macération en utilisant un solvant organique : l'éthanol.
L'évolution des diagrammes d'impédance électrochimique avec la concentration de l'extrait, montre bien que l'efficacité inhibitrice augmente avec l'augmentation de la concentration.
Les résultats obtenus à partir des techniques électrochimiques ont été confrontés à ceux obtenus par la méthode gravimétrique.
L'ensemble des résultats montre un bon accord entre la méthode gravimétrique et les techniques électrochimiques.

**Mots clés:** corrosion, inhibiteur vert, acier, milieu alcalin, électrochimie, perte de masse

# ADSORPTION OF IONIC LIQUIDS ONTO AN ACTIVATED CARBON FABRIC: COMPARAISON WITH IBUPROFEN

Hanen Guedidi[a,b], Imadeddine Lakehal[b], Jean-Marc Lévêque[b], Laurence Reinert[b], Nizar Bellakhal[a], Laurent Duclaux[b]

[a)] *Unité de Recherche de Catalyse d'Electrochimie, de Nanomatériaux et leurs Applications et de Didactique CENAD, Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie (INSAT), B.P.N°676, 1080 Tunis Cedex, Tunisie (a)*
[b)] *Laboratoire de Chimie Moléculaire et Environnement, Université de Savoie, 73376 Le Bourget du Lac Cedex, France (b)*

Ionic liquids (ILs) are considered as emergent pollutants because their synthesis and their use at a large scale may lead to environmental problems [1]. The adsorption on activated carbon represents one of the most effective methods to remove ionic liquids from waste water [2]. In this work, we have compared the adsorption properties of ibuprofen (IBP) and two pyridinium ILs in order to better understand their adsorption mechanism on an activated carbon fabric. The two ILs were synthesized in our laboratory: the 4(tert-butyl)-1propylpyridinium bromide (referred to IL1) and 4(tert-butyl)-1(2-carboxy-ethyl)pyridinium bromide (referred to IL2). The activated carbon fabric (900-20 from Kuraray, Japan) was characterized by $N_2$ adsorption-desorption at 77 K and $CO_2$ adsorption at 273 K and acido-basic titrations. The adsorption kinetics were studied at two different pH 3 and 7.5. The adsorption isotherms of both IL1 and IL2 onto the activated carbon fabric were studied at three temperatures 13, 25 and 40°C and the thermodynamic parameters were determined. The adsorption of the two ionic liquids onto the activated carbon fabric was found to be exothermic and the adsorption energy values indicated a physisorption process. The competitive adsorption of mixture of IBP and the two ILs showed that IBP is the most adsorbed by the activated carbon fabric.

## References

[1] T.P.T. Pham, C-W Cho, Y-S Yun, Environmental fate and toxicity of ionic liquids: A review, water research 44 (2010) 352 – 372.

[2] A. Farooq, L. Reinert, J.M. Levêque, N. Papaiconomou, N. Irfan, L. Duclaux, Adsorption of ionic liquids onto activated carbons: Effect of pH and temperature, Microporous and Mesoporous Materials 158 (2012) 55–63.

# Biodegradability improvement of Enoxacin solutions by Electro-Fenton process : Investigation of the optimal degradation

Cyrine Annabi [a], Florence Fourcade [b,c], Isabelle Soutrel [b], Abdeltif Amrane [b,c], Nizar Bellakhal [a]

*[a)] Unité de Recherches de Catalyse d'Electrochimie, de Nanomatériaux et leurs applications et de didactique (CENAD), Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie, (INSAT), B.P.N°676, 1080 Tunis Cedex, Tunisie.*
*[b)] Institut des Sciences Chimiques de Rennes, Université de Rennes 1, UMR-CNRS 6226, Campus de Beaulieu, 35042 Rennes Cedex, France.*
*[c)] Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Rennes, UMR-CNRS 6226, Avenue du Général Leclerc, CS 50837, 35042 Renne Cedex 7, France*

Advanced Oxidation Processes (AOPs) represent an excellent alternative for the treatment of polluted water by toxic and / or persistent pollutants. In this context, this study focused on a very promising AOPs , namely the Electro-Fenton process. It has been applied for the treatment of Enoxacin, an antibiotic belonging to the fluoroquinolone family. The Enoxacin is detected in industrial and livestock manure and it is poorly degraded by treatment plants, which presents a real danger for the aquatic ecosystem. The purpose of this study is to evaluate the Electro-Fenton process as an electrochemical pre-treatment of Enoxacin before applying a conventional biological treatment in wastewater treatment plants. Initially, the work was devoted to the optimization of degradation parameters for the antibiotic.

Once the optimal operating conditions fixed, a kinetic study and a monitoring of the mineralization of the molecule were conducted. The overall results showed that the elimination of Enoxacin by Electro-Fenton process follows a first order kinetics and reaches an efficiency of about 97 % after one hour of treatment. The biodegradability of the molecule has been improved after 3 hours of treatment, with a BOD5 on COD ratio of 0.56.

# High-rate mercury removal from synthetic and triple superphosphate and acid industrial wastewater by electrocoagulation

BRAHMI Khaled [a], BOUGUERRA Wided [a], MOUSSAOUI Khawla [b], HAMROUNI Béchir [a], ALOUI Limam [b], LOUNGOU Mouna [c]

[a] *U. R Traitement et Dessalement des Eaux, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, 2092 Manar II, TUNISIE*
[b] *U. R Matériaux, Environnement et Energie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Gafsa, Campus Universitaire Sidi Ahmed Zarroug 2112 Gafsa, TUNISIE.*
[c] *Groupe Chimique Tunisien, Usine de M'Dhilla Gafsa, Km. 14 Route M'Dhilla- 2100 Gafsa*
e-mail:khaled.brahmii@gmail.com

The Tunisian Chemical Group has taken into consideration immediate measures to reduce as much as possible water consumption and polluted effluents, yet no research has been done on the treatment of wastewater from this industry. This study investigated the efficiency and cost-effectiveness of electro-chemical parameters in mercury removal through electrocoagulation (EC) using aluminum electrodes in the treatment of synthetic and phosphate manufacturing industrial wastewater from the Tunisian Chemical Group which poses environmental hazards. The effects of operational parameters such as initial pH, applied current density (J), reaction time, solution conductivity, distance between electrode, the surface to volume ratio (S/V), state of the aluminum plates and electrical energy consumption were studied to reach significant Hg (II) removal efficiency. Optimum conditions for mercury removal were obtained for current density of 7.35 mA $cm^{-2}$, initial pH of 7, distance between electrode of 0.5 cm, (S/V) of 13.6 $cm^2$ and a conductivity of 5.3 mS $cm^{-1}$.These operating conditions could simultaneously achieve a good mix, a good flotation, stability of flocs and thus largely efficient removal in a relatively short treatment time of 30 min, significantly low operating cost with a removal percentage of 89 %. The application of the optimum conditions in the treatment of the Tunisian Chemical Group industrial wastewater sample by electrocoagulation process for optimal operating conditions allowed us to achieve a mercury reduction larger than 98.96 %.

**Keywords**: Electrocoagulation; Mercury removal; Aluminum electrodes; Industrial wastewater treatment; Operating cost.

# TRAITEMENT DES MARGINES PAR l'ACIDIFICATION COUPLEE AU PROCEDE DE FENTON

Hattab Amina, Bagane Mohamed

*Unité de recherche Thermodynamique Appliquée, ENIG Gabès*

Les margines avec ses propriétés physico- chimiques et microbiologiques représente l'un des problèmes les plus importants auxquels sont confrontés les pays de la Méditerranée, en raison de ses effets néfastes sur les écosystèmes différents et parce qu'ils rejettent sans aucun traitement.

L'objectif de ce travail est le traitement de margine par l'acidification couplée au procédé de Fenton ($[H_2O_2]/[Fe^{2+}]$ en vue de décomposer les molécules les plus récalcitrantes (non biodégradables) en molécules biologiquement dégradables ou en composés minéraux tels que $H_2O$ et $CO_2$. On s'intéresse en premier étape à la caractérisation physico-chimique de notre margine et en seconde étape au traitement chimique de ces effluents.

Les effluents testés ont un pH acide (4,93) et sont très chargés en matières organiques (DCO=112g/l). L'acidification de la margine jusqu'à pH=2.5 provoque la précipitation d'une fraction importante (50% d'abattement de DCO). L'étude du traitement par $H_2O_2$ du filtrat obtenu après séparation des solides formés indique que :

- $H_2O_2$ seul réduit la demande chimique en oxygène jusqu'à 67%.
- En présence des ions ferreux (réactif de Fenton) et dans les conditions optimales, la DCO atteint 82% d'abattement.

**Mot clés**: margines, caractérisation, acidification, procédé de fenton, DCO.

# OPTIMISATION ET VALIDATION DE L'ANALYSE DU SELENIUM DANS LE PLASMA PAR SPECTROMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

Myriam El Ati - Hellal[a], Fayçal Hellal[b], Abderrazek Hedhili[a]

*[a)] Laboratoire de Toxicologie, Unité de Toxicologie Recherche et Environnement, 10, rue Abou El Kacem Chabbi, Montfleury, 1008 Tunis cedex, Tunisie*
*[b)] Département de Chimie, Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie, B.P. 676-1080 Tunis cedex, Tunisie*

Le sélénium est un oligo-élément essentiel qui peut s'avérer toxique pour l'organisme à des teneurs élevées. Les symptômes cliniques les plus fréquents en cas d'intoxication chronique sont la chute de cheveux, la décoloration de la peau, le blanchiment des ongles et des signes neurologiques tes que les épisodes convulsifs. D'autres symptômes peuvent intervenir tels que la fatigue, l'irritabilité et les troubles gastro-intestinaux. Chez l'homme, la carence en sélénium peut entrainer une cardiomyopathie (maladie de Keshan) ou augmenter les risques cardiovasculaires ou de cancer.

L'objectif de cette étude est l'optimisation de l'analyse du sélénium dans le plasma par spectrométrie d'absorption atomique électrothermique (SAA-E). Considérant l'importance de la correction du bruit de fond et de la stabilisation thermique du sélénium, deux réponses ont été sélectionnées pour une évaluation optimale : les signaux d'absorbance et de bruit de fond de l'analyte. Le criblage des principaux facteurs affectant les réponses choisies a été réalisé avec les plans de Plackett et Burman, alors que la procédure d'optimisation a été effectuée avec les plans d'expériences de Doehlert.

L'utilisation du plan de Plackett et Burman a permis l'évaluation des effets de onze paramètres sur la détermination analytique du sélénium dans le plasma par SAA-E. Seule la température de décomposition est statistiquement influente à la fois sur l'absorbance mais aussi sur le signal de bruit de fond du sélénium. Les niveaux des variables restantes ont été fixés selon leurs influences sur l'absorbance d'abord, puis sur le signal de bruit de fond et enfin sur le coût de la procédure. L'application du plan d'expériences de Doehlert a permis de déterminer les valeurs optimales de la température de décomposition, la température d'atomisation et le temps de décomposition qui sont de : 1070 °C, 2270 °C et 25 s, respectivement. Une méthode peu onéreuse et fiable a été alors développée et validée sur un matériau de référence certifié de plasma (SeronormTM lot 0903106). La méthode optimisée a été appliquée à quinze échantillons de plasma prélevés de patients tunisiens en bonne santé. Des concentrations relativement faibles ont été obtenues (entre 24,4 et 64,6 $\mu g.L^{-1}$, avec une moyenne de 42,6 ± 4,9 $\mu g.L^{-1}$), en comparaison avec celles rapportées dans d'autres pays du monde.

**Mots clés :** sélénium, plasma, SAA-E, optimisation, validation.

# Mise au point d'une méthode d'analyse du strontium dans les saumures naturelles.

Arem BOUGHALMI; Halim HAMMI; Adel M'NIF

*Laboratoire de Valorisation des Matériaux Utiles*
*Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux; Technopole Borj Cedria*
*B.P.73–8027.Soliman. TUNISIE*

Les saumures naturelles sont des solutions aqueuses fortement concentrées en sels océaniques. La teneur globale en sels peut atteindre 350g $L^{-1}$. La matrice étudiée est très complexe, elle comporte une multitude d'éléments, parmi eux il y a ceux qui sont des éléments majeurs ($Mg^{2+}$, $Na^{+}$, $K^{+}$, $Cl^{-}$ et $SO_4^{2-}$), d'autres mineurs ($Ca^{2+}$, $Br^{-}$, $F^{-}$ ..) et enfin parmi les constituants à l'état de trace il y a le strontium. Cet élément n'a pas fait l'objet de beaucoup d'études antérieures. Compte tenu de ce qui précède, il est évident que le dosage du strontium à l'état de trace soit perturbé par des phénomènes d'interférences dus à l'effet de la matrice. Afin d'appréhender de tels phénomènes, ce travail a été entrepris.

Dans une première partie, nous avons démontré la limite des méthodes usuelles (spectrométrie d'absorption atomique par la méthode directe, la méthode des ajouts dosés classique) pour le dosage du strontium dans les matrices minérales. Les éléments perturbateurs ont été identifiés, il s'agit en particulier du sodium, du potassium, du magnésium et de calcium. Les perturbations ont été étudies en premier lieu en modélisant l'effet de chaque interférent pris individuellement, ainsi on a pu déterminer les seuils limites au dessus desquels il y a apparition des phénomènes d'interférences. En outre nous avons mis en évidence les interactions entre les interférents. Il s'agit en particulier des interactions entre le potassium et le sodium d'une part et entre le calcium et le magnésium d'autre part. Ainsi nos investigations ont été orientées vers la méthodologie des plans d'expériences comme outil de modélisation de l'effet global de la matrice engendré par la présence simultanée des quatre interférents. Les courbes d'isoréponses obtenus nous ont permis de déterminer le domine de validité du dosage du strontium.

Ce travail, nous a permis d'identifier pour chaque domaine de concentration des éléments perturbateurs, la nature des phénomènes d'interférence. Les résultats obtenus ont montré que ces interférences sont principalement chimiques et spectrales (interférence d'ionisation, de dissociation, de volatilisation et de superposition de bonde). Pour une gamme de concentrations bien déterminée en sodium, potassium et calcium, nous avons réussi à mettre au point un mode d'analyse permettant d'éliminer leurs effets perturbateurs. Toutefois, la persistance des difficultés engendrées par l'existence du magnésium a conduit à l'étude de son élimination quasi-totale du milieu.

L'élimination du magnésium a été effectuée par précipitation sélective sous forme d'hydroxyde. On a pu préalablement délimiter un domaine pour lequel la minimisation de la teneur en magnésium est acceptable sans affecter celle de strontium tout en ajoutant des tampons spectrochimiques.

# EFFECT OF OPERATIONAL PARAMETERS ON BORON REMOVAL BY MEMBRANE DISTILLATION

Ali Boubakri[a], Amor Hafiane[a], Salah Bouguecha[c]

*[a)] Laboratory of Wastewater Treatment, Center of Researches and water Technologies P.B 273, 8020 soliman, Tunisia.*
*[b)] Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineer, King Abdul-Aziz University, P.B: 80204 Jeddah 21589, Kingdom of Saudi Arabia.*

In this study, the performance of direct contact membrane distillation (DCMD) for the removal of boron was investigated. Effect of some operating parameters such as feed temperature, boron concentration, NaCl concentration and feed solution pH on DCMD performance was studied. The experimental runs showed that the permeate flux was enhanced exponentially with the feed temperature, the maximum permeate flux of 27.5 $kg.m^{-2}.h^{-1}$ was obtained at 74°C. Feed boron and salt concentration had a slightly decreasing impact on permeate flux. Feed solution pH had no significant effect on DCMD performance. DCMD process can produce a water with high boron rejection, more than 90% even at feed concentration as high as 200 $mg.L^{-1}$. A natural seawater containing 5.37 $mg.L^{-1}$ boron was treated by DCMD. After 18 hours, the permeate flux decreased from 11.87 to 10 $kg.m^{-2}.h^{-1}$ and the permeate boron was kept below 0.47 $mg.L^{-1}$.

**Key words:** Nitrate removal; DCMD; Permeate flux; Boron rejection; PVDF membrane.

# ÉTUDE DE LA SÉPARATION DES FLUOROQUINOLONES PAR HPLC: APPLICATION À L'ÉTUDE DE LEUR DÉGRADATION PAR RAYONNEMENT GAMMA

Latifa Ben Saad, Faten Boujelbane

*Laboratoire de Chimie des Matériaux et Environnement, Département de Chimie, Institut préparatoire aux études d'ingénieur de Tunis.*

Une méthode de chromatographie Liquide à haute performance (HPLC) à polarité de phase inversée, a été développée pour la séparation d'un mélange composé de cinq fluoroquinolones (la Loméfloxacine, la Ciprofloxacine, la Lévofloxacine, l'Enoxacine et l'Enrofloxacine). Les conditions opératoires optimales sont : la longueur d'onde de détection est 282nm fixée au niveau de détecteur DAD, la phase stationnaire est formée de silice griffé de type X terra RP-18(250mm x 4, 6mm ; 5µm) et la phase mobile est composée d'acétonitrile et d'un tampon phosphate.

Cette méthode optimisée est appliquée pour analyser les solutions de chaque fluoroquinolones de différentes concentrations après irradiation par des doses de rayonnements gamma. L'étude de l'effet de ces rayonnements sur les fluoroquinolones montre qu'avec une dose de 5kGry, ces rayonnements permettent la dégradation totale de ces principes actifs pour une concentration de 20ppm et l'apparition d'autres produits de dégradation. Mais une dose de 5kGry est insuffisante pour dégrader ces principes actifs (100ppm).

# EFFET DU DOPAGE PAR LE CERIUM SUR LES PROPRIETES TEXTURALE, STRUCTURALE, OPTIQUES ET PHOTOCATALYTIQUE DE L'OXYDE DE ZINC

Olfa Bechambi[a], Wahiba Najjar[a] and Sami Sayadi[b]

[a] *Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, 2092, Tunis, Tunisie*
[b] *Laboratoire de Bioprocédés Environnementaux, Centre de Biotechnologie de Sfax, B.P. 1177, 3018 Sfax, Tunisie*
e-mail: bechambi.olfa@gmail.com)

Un perturbateur endocrinien (PE) est toute molécule ou agent chimique, interférant avec les fonctions du système hormonal d'un organisme vivant, et qui risque d'influer négativement sur les processus de synthèse, de sécrétion, de transport, d'action ou d'élimination des hormones, donc susceptible d'avoir des effets néfastes sur la santé. La présence de ces substances dans notre environnement fait un danger potentiel pour l'environnement [1].

A cet égard la dégradation photocatalytique du bisphénol A (BPA) et du nonylphénol (NP) comme des PE, est examinée sur des catalyseurs à base d'oxyde de zinc dopé au cérium élaborés par la méthode hydrothermale. Une fois préparé, ces catalyseurs ont été caractérisés par différent techniques tel que la DRX, la physisorption-$N_2$ (77K), UV-Vis, FTIR, Raman et PL.

La DRX et la spectroscopie Raman ont montré que le dopage diminue la taille des cristallites. Les résultats obtenus par la physisorption-$N_2$ ont révélé que le dopage n'influe pas le type d'isotherme. La spectroscopie UV-vis à montré un décalage des spectres vers le visible pour les catalyseurs dopés avec une diminution de l'énergie de gap. L'intensité du signal PL diminue avec le dopage à cause de la diminution de la recombinaison électron-trou. L'étude des performances photocatalytiques en présence d'irradiation UV et de $H_2O_2$ prouve que le meilleur taux de dégradation et de minéralisation du BPA et du NP est atteint avec un faible pourcentage de cérium.

**Key words:** ZnO, Cerium, photocatalyse, perturbateur endocrinien**.**

**Reference**

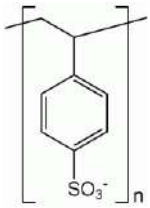
[1] I.G. ltekin, N.H. Ince, Journal of Environmental Management 85 (2007) 816–832.

# IMPORTANCE OF THE DIELECTRIC FRICTION EFFECT ON POLYELECTROLYTES MPSS AT HIGH DILUTE SOLUTIONS

Anis. GHAZOUANI, Sondes. BOUGHAMMOURA, Jalel. M'HALLA

*Faculty of Sciences of Monastir, UR « Electrolytes »*
*University of Monastir, 5000 Monastir, Tunisia*
Email: ghazouanianis2009@yahoo.fr

We present a general description of conductivity behaviour of highly charged strong polyelectrolytes in dilute aqueous solutions in taking into account the translational dielectric friction on the moving polyions modelled as chains of charged spheres successively bounded and surrounded by solvent molecules. A general formal limiting expression of the equivalent conductivity of these polyelectrolytes is presented in order to distinguish between two concentration regimes and to evaluate the relative interdependence between the ionic condensation effect and of the dielectric friction effect, in the range of very dilute solutions for which the stretched conformation is favored. This approach is illustrated by the limiting behaviors of some polyelectrolytes (Sodium Polystyrene Sulphonate NaPSS; Potassium Polystyrene Sulphonate: KPSS, Lithium Polystyrene Sulphonate: LiPSS, Tetraethylammonium Polystyrene Sulphonate: $(Et_4N)$PSS and Tetrabutylammonium Polystyrene Sulphonate: $(Bu_4N)$PSS) characterized by the structural length $L_S$ = 7250 A° and by structural charge $Z_S$ = -2900, then the distance of separation between two successive ionizable groups is $b_S = L_S / |Z_S|$.




Polystyrene sulfonate PSS

# *IN VITRO* EVALUATION OF ANTI-ALZHEIMER, ANTI-INFLAMMATORY AND ANTI-CANCER ACTIVITIES OF AERIAL PARTS FROM *TEUCRIUM RAMOSISSIMUM* (LAMIACEAE)

Nessrine Ghazouani[a,b], Manef Abderrabba[b], Jalloul Bouajila[a]

*[a)] Laboratoire des Interactions Moléculaires et Réactivité Chimique et Photochimique UMR CNRS 5623, Université Paul Sabatier, 118 route de Narbonne, F-31062 Toulouse, France.*
*[b)] Laboratoire Matériaux, Molécules et Applications, Institut Préparatoire aux Etudes Scientifiques et Techniques de la Marsa, B.P.51, 2075 La Marsa, Tunisia.*

*Teucrium ramosissimum* (Lamiaceae), an endemic species from North Africa, was identified **[1]**. Several components were extracted from the aerial parts using hexane, ethyl acetate, acetone and ethanol. These extracts were then investigated for their effect on two cancer cell lines (MCF-7 and HCT-116). Cytotoxicity of these extracts was measured using a colorimetric MTT assay. The results showed that the component extracted with ethanol, was the most cytotoxic on all cancer cells tested (IC50=6 µg/mL and 17 µg/mL for MCF-7 and HCT-116 cell lines, respectively). Furthermore, these extracts were screened for their anti-inflammatory activity against 5-lipoxygenase enzyme and for their anti-Alzheimer activity against the acetylcholiesterase enzyme. All extracts (hexane, ethyl acetate, acetone and ethanol) showed a low inhibition level on 5-lipoxygenase enzyme, 19.10±1.66%, 39.74±4.64%, 40.56±5.45% and 23.70±1.66%, respectively (at a concentration of 60 µg/mL). In the anti-Alzheimer activity, the % inhibition does not exceed 20%.

**Keywords:** *Teucrium ramosissimum*; 5-Lipoxygenase; acetylcholinesterase; cytotoxicity; MCF-7; HCT-116.

**[1]** Hachicha F.S, Skanji T, Barrek S, Ghrabi G.Z, Zarrouk H. Composition of the essential oil of *Teucrium ramosissimum* Desf (Lamiaceae) from Tunisia. Flavour Fragr. J 2007; 22: 101–104.

# Poster Communications' List

## (alphabetically authors' names)

| Name | Ref |
|---|---|
| **M. Abdelhedi**, M. Djemal, M. Dammak, A. Kolsi<br>*FSS - Sfax*<br>X-ray diffraction, IR and RAMAN study of the new mixed compound $Rb_{1.89}Na_{0.11}(SO_4)_{0.89}(SeO_4)_{0.11}Te(OH)_6$ | **PC01** |
| **N. Abdennebi**, C. Goutaudier, M. Bagane<br>*ENIG - Gabès*<br>Purification de l'acide phosphorique synthétique par précipitation de complexes organophosphorés | **PC02** |
| **M. Abid**, S. Boufi, S. Bouattour<br>*FSS - Sfax*<br>Dégradation photocatalytique des polluants organiques en présence de couches minces de $TiO_2$ déposées sur des fibres de cellulose | **PC03** |
| **A. Abidi**, F. Rezgui<br>*FST - Tunis*<br>Palladium-catalysed allylation of 1,3-dicarbonyl compounds with a MBH alcohol | **PC04** |
| **M. Abidi**, A. Kriaa, A. Hedhli<br>*ENSIT - Montfleury*<br>Synthesis and characterization of new cationic surfactants intended for hybrid mesoporous silica nanoparticles | **PC05** |
| **S. Achour**, B. Tangour<br>*FST - Tunis*<br>Etude théorique de la réactivité d'un complexe du ruthénium vis à vis des oléfines substituées | **PC06** |
| **A. Addoun**, L. Temdrara<br>*USTHB University - Algeria*<br>Adsorption du phénol par des charbons actifs - Effet de solvant | **PC07** |
| **F. Addoun**, M. Belhachemi<br>*University of Bab Ezzouar - Algeria*<br>Removal of malachite green dye onto Bechar clay: Equilibrium isotherms and kinetic studies | **PC08** |
| **F. Aloui**, B. Ben Hassine<br>*FSM - Monastir*<br>Synthesis of a new hexacyclic helicene | **PC09** |
| **M. Amara**, H. Kerdjoudj<br>*USTHB University - Algeria*<br>Extraction of copper from an acidic aqueous medium using impregnated cation exchange resin | **PC10** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **M. Ameur**, H. Amri<br>*FST - Tunis*<br>Efficient synthesis of substituted pyrrolidines from a novel buta-1,3-diene | **PC11** |
| **I. Aouadi**, S. Ben Chaaben, A. Maciuca, J.M. Tatibouët, L. Bergaoui<br>*FST - Tunis*<br>Décomposition de l'éthanol par couplage plasma non thermique et photocatalyse | **PC12** |
| **K. Aouadi**, B. Defaut, P.G. Goekjian, D. Gueyrard<br>*FSM - Monastir*<br>Synthesis of semicyclic anomeric dienes derived carbohydrate by Julia olefination on vinyl sulfones | **PC13** |
| **I. Aouani**, S. Touil<br>*FSB - Bizerte*<br>Synthèse de nouveaux phosphates organiques, les dialkyl 3-cyanopropylphosphates, via un réarrangement de type phospha-brook | **PC14** |
| **L. Arfaoui**, H. Dhaouadi, F. Touati<br>*INRAP - Sidi Thabet*<br>Adsorption de plomb par les nanotiges de l'oxyde de cuivre: Etude de la cinétique et d'équilibre d'adsorption | **PC15** |
| **K. Assili**, K. Assili, K. Alouani<br>*FST - Tunis*<br>Study on the structural and morphology properties of chemical bath deposition silver selenide thin films | **PC16** |
| **S. Attia**, L. Zayani, D. Ben Hassen-Chehimi, M. Trabelsi-Ayadi, N. Kbir-Ariguib<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Evaporation de la saumure Triatée de Chott El Jerid. Etude comparative entre les cheminements expérimental et théorique | **PC17** |
| **M. Ayadi**, R. Ben Cheikh<br>*ENIT - Tunis*<br>Extraction of cork nanofillers. Development and caracterization of a biocomposite whose matrix is PHBV | **PC18** |
| **M. Ayadi-Kharrat**, F. Rezgui, E. Vrancken<br>*FST - Tunis*<br>Iron(III) chloride-catalysed direct nucleophilic $\alpha$-substitution of Morita-Baylis-Hillman alcohols with sulfonamides | **PC19** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **M. Ayari**, O. Ghodhbane, M. Abdellaoui<br>*INRAP - Sidi Thabet*<br>Elaboration and Electrochemical Characterization of $CeTi_2Cr_4Ni_5$ –based Metal Hydride Alloys | **PC20** |
| **L. Aydi**, Mohamed EL MEHTEDI, Chedly BRADAI, Mohamed KHLIF, Foued ELHALOUANI<br>*FSS - Sfax*<br>Mechanical properties of alloy AA6063 primary and secondary fusion after extrusion | **PC21** |
| **H. Azaza**, A. Doggaz, L. Mechi, M. Tlili, M. Ben Amor<br>*CERTE - Borj Cédria*<br>Contribution à l'étude de la précipitation mixte des sels peu solubles dans l'eau : Effet de la baryte sur la formation du gypse et da la calcite | **PC22** |
| **N. Baioui**, F. Rezgui<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis of allylic sulfides from Baylis Hillman Bromide | **PC23** |
| **M. Balti**, K. Dridi, M.L. Efrit<br>*FSB - Bizerte*<br>Homologation de lactone par l'oxyde de phosphine et hydrogénation continue de l'éther d'énol résultant | **PC24** |
| **S. Barbouchi-Guedhami**, L. Monser<br>*Petroleum Services Department - CRDP/ETAP*<br>Caractérisation physico-chimique de dépôts de tartre des conduites d'eau d'un champ pétrolier de la Tunisie centrale | **PC25** |
| **H. Barrak**, A.M'nif, A.H. Hamzaoui<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Nouvelle méthode de préparation et caractérisation des nanoparticules et tiges de ZnO | **PC26** |
| **O. Bechambi**, W. Najjar, S. Sayadi<br>*FST - Tunis*<br>Photocatalytic degradation of bisphenol a over ZNO and CE-ZNO (2%) catalysts under UV irradiation | **PC27** |
| **A. Bejaoui**, M. Férid, K. Horchani-Naifer<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Etude des propriétés électriques de diphosphates $NaGdP_2O_7$ - Modélisation des chemins de conduction de cation monovalent $Na^+$ | **PC28** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **H. Belhadj Ammar**, M. Ben Brahim, R. Abdelhédi, Y. Samet<br>*ENIS - Sfax*<br>Dégradation électrochimique du métronidazole sur une anode en diamant dopé au bore | **PC29** |
| **M.A. Belhaj**, M. Saidi, I. Bouazizi, M. Ben Jrad, S. Mahmoudi<br>*ETAP*<br>Distribution, Characterization and source identification of hydrocarbons in water samples using multiple analytical techniques. Case study of near-surface groundwater of Sousse City | **PC30** |
| **M. Belkhiria**, A. Mechria, M. Msaddek<br>*FSM - Monastir*<br>Complexes of chromium with beta-diimine ligands | **PC31** |
| **M. Ben Brahim**, H. Belhadj Ammar, R. Abdelhédi, Y. Samet<br>*ENIS - Sfax*<br>Etude de l'oxydation électrochimique de l'imidaclopride par électrolyses préparatives sur une anode en dioxyde de plomb | **PC32** |
| **M. Ben Braiek**, F. Aloui, M. Tounsi, S. Moussa, B. Ben Hassine<br>*FSM - Monastir*<br>Synthèse de nouveaux azahélicènes et étude de leurs propriétés optoélectroniques | **PC33** |
| **S. Ben Cheikh**, R. Ben Cheikh<br>*ENIT - Tunis*<br>Extraction of cellulose nanofibers from the alfa and the elaboration and characterization of a PHBV / NFC biocomposite. | **PC34** |
| **L. Ben Gaied**, L. Ben Gaied, O. Toumia, R. Chaouechi, A. Cherif, M.L. Efrit<br>*FST - Tunis*<br>Synthèse et étude de l'activité biologique de nouvelles pyrazolopyrimidinones | **PC35** |
| **S. Ben Hamouda**, S. Ben Hamouda, R. Lafi, A. Hafiane<br>*CERTE - Borj Cédria*<br>Application of chitosan for removal of anionic dyes from aqueous solutions by ultrafiltration processes | **PC36** |
| **S. Ben Hamouda**, Y. Gouider, A. Hafiane<br>*CERTE - Borj Cédria*<br>Elaboration and characterization of PVDF-Cellulose Composite membranes: Application to dye removal by ultrafiltration | **PC37** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **T. Ben Issa**, S. Sebri, L. Ben Hamada<br>*ESST - Hammam Sousse*<br>Structure cristalline et caractérisation physico-chimique d'un nouveau sulfate à cation organique $(C_{13}H_{16}N_2)_{1,5}HSO_4SO_4{\cdot}H_{1,5}O$ | **PC38** |
| **M. Ben Jrad**, A. Belhaj Mohamed, M. Saidi, S. Riahi, M. Soussi, I. Bouazizi<br>*FST - Tunis*<br>Use of biomarkers to characterize Bou Dabbous Formation in thrust belt zones, northern Tunisia | **PC39** |
| **W. Ben Mefteh**, H. Touzi, Y. Chevalier, R. Kalfat, N. Jaffrezic Renault<br>*INRAP - Sidi Thabet*<br>Novel hybrid membrane of substitued polysiloxanes by N-functionalized cyclam for $Fe^{3+}$ ISFET sensor | **PC40** |
| **R. Ben Rejeb**, B. Chaouachi<br>*ENIG - Gabès*<br>Effet de la troncature sur l'angle d'acceptance d'un système de concentration d'un chauffe-eau solaire à stockage intégré | **PC41** |
| **T. Ben Rhaiem**, H. Boughzala<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis, crystal structure and characterization of a new organic-inorganic hybrid 1,4-diazoniabicyclo[2.2.2]octane tetrachloridocadmate(II) monohydrate | **PC42** |
| **N. Ben Salah**, C. Sanglar, S. Chenavas, A. Fildier, H. Casabianca, A. Bulete, N. Bouzouita<br>*FSM - Monastir*<br>Isolement et élucidation structurale de flavonoides antioxydants de la plante *Diplotaxis erucoides* | **PC43** |
| **S. Ben Salah**, T. Boubaker, R. Goumont<br>*FSM - Monastir*<br>Synthèse et réactivité ambidente du 4-nitrobenzothiazole N-méthylé | **PC44** |
| **A. Ben Sghaier**, M. Béji, M.M. Chehimi<br>*FST - Tunis*<br>Synthèse des cycles polytriazoles par la chimie click | **PC45** |
| **M. Ben Sik Ali**, A. Hafiane, M. Dhahbi, B. Hamrouni<br>*IPEIN - Nabeul*<br>Cadmium removal from brackish waters by an electro-membrane process | **PC46** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **F. Ben Tahar**, N. Chniba-Boudjada, N. Rtel Ramond, J. Jaud, S. Balciunas, M. Ivanov, R. Mackeviciute, J. Banys, R. Chtourou, A. Bel Hadj Mohamed, S. Chaabouni<br>*FSS - Sfax*<br>Synthesis, crystal structure, optical and dielectric properties of 2-(2-aminoethyl)-1-methylpyrrolidinium chloride hexachlorobismuthate(III) monohydrate $[C_7H_{18}N_2]_2ClBiCl_6.H_2O$ | **PC47** |
| **R. Ben Trad**, M. El Kateb, M. Beji<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis of imidazolidinone derivatives | **PC48** |
| **T. Ben Zid**, I. Khedher, J.M. Fraile<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis and Characterization of heterogeneous catalysts for the asymmetric sulfoxidation | **PC49** |
| **H. Benmoussa**, M. Balti, A. Farhat, J. Bouajila, M. Romdhane<br>*ENIG - Gabès*<br>Solvent free microwave extraction of essential oil from thyme | **PC50** |
| **S. Blili**, A. Haj Said<br>*FSM - Monastir*<br>Synthèse et caractérisations de nouveaux oligomères p-conjugués dérivant d'oligométhoxyphenyl acétonitrile | **PC51** |
| **S. Bouacida**, N. Bouzouita<br>*ESIAT - Tunis*<br>Contribution à l'étude chimique et biologique de différents extraits de feuilles et de racines de *Eruca vesicaria Longirostris* | **PC52** |
| **S. Bouanani**, M. El Kateb, M. Béji<br>*FST - Tunis*<br>Synthèse des thiocarbamates s-perfluoroalkyle | **PC53** |
| **I. Bouaoun**, H. Hammi, A. M'nif<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Interaction between low grade magnesium oxide and sodium chloride on the microstructure and mechanical properties of magnesia – phosphate cement | **PC54** |
| **I. Bouchmila**, B. Bejaoui Kefi, R. Souissi, M. Abdellaoui<br>*INRAP - Sidi Thabet*<br>Purification and characterization of "CHERT" from Gafsa Metlaoui basin: Application as adsorbent of rare earth elements | **PC55** |
| **A. Boufaied**, M. Dhibi, B. Hjal, T. Ghouil, A. Hannachi<br>*ENIG - Gabès*<br>Etude de la cinétique d'absorption du dioxyde de carbone en milieu ammoniacal | **PC56** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **S. Boughanmi**, M. El Maaoui, A. Megriche<br>*FST - Tunis*<br>Influence of the addition of small amounts of fluorapatite on the properties of Portland cement | **PC57** |
| **G. Bouhalleb**, F. Rezgui<br>*FST - Tunis*<br>Palladium (0)-catalyzed reactions of allylic MBH acetates with enamines | **PC58** |
| **F. Boukattaya**, F. Boeda, Morwenna S.M. Pearson-Long, P. Bertus, H. Ammar<br>*FSS - Sfax*<br>Addition of Grignard reagents to cyanoesters. Application to the synthesis of functionalized aminoacids | **PC59** |
| **A. Boumakhla**, H. Chebbi, M.F. Zid<br>*FST - Tunis*<br>Synthèse, caractérisations physico-chimiques et étude structurale d'un nouveau composé hybride à base de perchlorate : $(C_9H_{22}N_2)[ClO_4]_2$ | **PC60** |
| **K. Bouzazi**, H. Boughzala, H. Zamali<br>*FST - Tunis*<br>Application of the Rietveld method to detect the phase limit for $KNO_3$-$RbNO_3$ system from X-ray diffraction | **PC61** |
| **F. Brahmi**, F. Meganem<br>*FSB - Bizerte*<br>A simple and convenient synthesis of new β-amino alcohols and aminophosphines chiral auxiliaries based on limonene oxide | **PC62** |
| **J. Brahmi**, K. Aouadi, S. Vidal, M. Msaddek<br>*FSM - Monastir*<br>Synthèse stéréosélective des acides aminés cycliques dérivés de pyrrolidine | **PC63** |
| **K. Brahmi**, W. Bouguerra, H. Bellahsan, L. Aloui, B. Hamrouni, M. Loungou<br>*FST - Tunis*<br>Water hardness removal for industrial use by electrocoagulation–electroflotation process using aluminum electrodes | **PC64** |
| **A. Brichni**, H. Hammi, Adel Mnif<br>*Technopole Borj Cédria*<br>The influence of polymer on magnesium oxysulfate cement using experimental design methodology | **PC65** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **N. Chaâbène**, R. Jebali, R. Kalfat<br>*INRAP - Sidi Thabet*<br>Mise au point d'une méthode de spéciation des organostanniques dans les moules par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse à source plasma à couplage inductif (GC-ICP/MS) | **PC66** |
| **S. Chaabouni**, A. Francois, S. Abid, V. Lobjois, C. Galaup, S. Chassaing<br>*FSS - Sfax*<br>Lanthanide(III)-complexes bearing an *o*-hydroxycinnamyl residue as a novel class of photoactivatable luminescent probes | **PC67** |
| **F. Chahdoura**, L. Dubrulle, J. Durand, D. Madec, M. Gomez<br>*University of Paul Sabatier, Toulouse - France*<br>Rhodium (I) complex in glycerol: A convenient catalyst for Pauson–Khand carbocyclisations processes | **PC68** |
| **A. Chaker**, S. Boufi<br>*FSS - Sfax*<br>Extraction des nanofibres de cellulose issues de tiges de maïs : Propriétés et pouvoir de renforcement | **PC69** |
| **S. Chakhari**, M. Kadri Younes, A. Rives, A. Ghorbel<br>*FST - Tunis*<br>Elaboration of nanometric aerogel zirconia doped hetropolyacids HPW for N-hexane isomerization | **PC70** |
| **M.A. Chaouch**, M. Dhahri, D. Le Cerf, H. Majdoub<br>*FSM - Monastir*<br>Extraction et sulfatation des polysaccharides issus des raquettes de l'*Opuntia Ficus indica*: Activité anticoagulante | **PC71** |
| **J. Chekir-Mzali**, K. Horchani-Naifer, M. Férid<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Synthèse, caractérisation et propriétés spectroscopiques de $NH_4YbP_2O_7$ | **PC72** |
| **M. Chemingui**, M. Khitouni, G. Mesmacque, M. Dammak<br>*FSS - Sfax*<br>Etude et caractérisation de la cinétique de précipitation dans l'alliage Al-Zn-Mg-Cu (7075) | **PC73** |
| **A. Cherif**, R. Daly, J.J. Suñol, M. Khitouni<br>*FSS - Sfax*<br>Caracterisation of Ni based alloys prepared by high energy mechanical alloying: Structure refinement and order parameter | **PC74** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **A. Chmangui**, S. Bouabdallah, M.R. Driss, S. Touil<br>*FSB - Bizerte*<br>Séparation de betaxolol de ses produits de synthèse par chromatographie liquide à haute performance (HPLC) : Etude de stabilité | **PC75** |
| **K. Chouaib**, H. Ben Jannet, M. Ali Hamza<br>*FSM - Monastir*<br>Synthesis of new oleanolic acid derivatives bearing isoxazoles, 1,4 and 1,5-disubstituted triazole tether by Cu(I) (CuAAc) and Ru-catalyzed Huisgen cycloaddition | **PC76** |
| **A. Chouket**, A. Cheikhrouhou, V. Optasanu, O. Bidou, M. Khitouni<br>*FSS - Sfax*<br>Structural, microstructural and dielectric studies in multiferroic $LaSrNiO_{4-\delta}$ prepared by mechanical milling method | **PC77** |
| **M. Dallel**, M. Hichri, E.S. Bel Hadj Hmida, D. Das, M.A. Alkhaldi, N. Ouerfelli<br>*FST - Tunis*<br>Viscosity arrhenius activation energy and different properties in N,N-dimethylacetamide+formamide systems at different temperatures | **PC78** |
| **S. Dbira**. N. Bensalah, A. Bedoui<br>*FSG - Gabès*<br>Degradation of cyanuric acid by electrochemical oxidation using Boron-doped diamond anode | **PC79** |
| **H. Dbouba**, R. Laabidi Ramzi, S. El Ouafi<br>*ISET - Zaghouan*<br>Etude de recyclage du laitier de haut fourneau dans la fabrication du ciment Portland | **PC80** |
| **M. Dendeni**, N. Cimetiere, A. Amrane, N. Ben Hamida<br>*FST - Tunis*<br>Etude par UPLC-DAD et UPLC-MS/MS de la stabilité du Trandolapril | **PC81** |
| **W. Derafa**, A. Ourari<br>*Farhat Abbas University - Sétif, Algeria*<br>Synthesis and Electrochemical Study of unsymmetrical tetradentate Ni(II)-Schiff base complex - Application to the electro-oxidation of methanol | **PC82** |
| **N. Dhahri**, T. Boubaker, R. Goumont<br>*FSM - Monastir*<br>Réactivité des oléfines activées et quantification de l'effet de résonance | **PC83** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **A.C. Dhieb**, W. Smirani Sta, M. Rzaigui<br>*FSB - Bizerte*<br>Elaboration et études physico-chimiques et structurale du piperazinium bis-iodate dihydraté | **PC84** |
| **B. Dhouib**, N. Jouini, F. Karmous, O. brinza, F. Schoenstein, H. El Feki<br>*FSS - Sfax*<br>The effect of pH and the process of direct or inverse synthesis of silicon-substituted hydroxyapatite prepared by hydrolysis in aqueous medium | **PC85** |
| **H. Doghri**, B. Albela, L. Bonneviot, M. Said Zina<br>*FST - Tunis*<br>Bio-inspired heterogeneous catalysts for $CO_2$ activation | **PC86** |
| **H. Douahem**, H. Hammi, A.H. Hamzaoui, Adel M'Nif<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Modélisation et optimisation de la transformation du phosphogypse en fluorure de calcium en utilisant la méthodologie des plans d'expériences | **PC87** |
| **R. Dridi**, R. Dridi, S. Cherni, M.F. Zid Mohamed<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis, crystal structure and characterization of a new chromium complex $(C_5H_9N_2)[Cr(C_2O_4)_2(H_2O)_2].3H_2O$ | **PC88** |
| **S. Dridi**, A. Mechria, M. Msaddek<br>*FSM - Monastir*<br>Nouveaux complexes allyle cationiques du palladium à ligands bis(iminopyridine)hydrazine: Synthèse et caractérisation | **PC89** |
| **W. Dridi**, W. Essafi, M. Gargouri, F. Leal Calderon, M. Cansell<br>*INRAP - Sidi Thabet*<br>Etude de l'effet des paramètres de formulation sur l'oxydation des émulsions inverses | **PC90** |
| **H. El Khal**, S. Georges, N. Batis<br>*INSAT - Tunis*<br>Tentatives de corrélations entre les paramètres α et Q du CPE (Constant Phase Element) et l'hétérogénéité physicochimique dans les électrolytes solides | **PC91** |
| **E. El Kout**, M. El Kateb, A. Snoussi, N. Bouzouita<br>*FST - Tunis*<br>Isolation of an organic product from the butanolic extract of the peels of *Citrus paradisi Duncan* | **PC92** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **F. Elaieb**, D. Semeril, A. Hedhli, D. Matt<br>*ENIT - Tunis*<br>Synthesis and coordinative properties of upper-rim thiophosphorylated calix[4]arenes | **PC93** |
| **K. Elaydi**, I. Kamal, A. Bedoui, K. Allaf<br>*FSG - Gafsa*<br>Tunisian henna as polyphenol source: Experimental and fundamental analysis of texturing-assisted intensified solvent extraction | **PC94** |
| **C. Elazizi**, H. Hammi, H. Majdoub, A. M'nif<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Etude de l'effet de l'ajout de *l'Opuntia ficus* Indica et de noyaux de dattes sur les propriétés d'un ciment Portland | **PC95** |
| **S. Elgharbi**, K. Horchani-Naifer, M. Férid<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Enrichissement de phosphate naturel par calcination | **PC96** |
| **S. Ennaifer**, H. Bouzidi, R. Ksouri, K. Alouani<br>*FST - Tunis*<br>Rumex Roseus: Total phenolic content, flavonoids, DPPH radical scavenging activity and bioinhibition of corrosion | **PC97** |
| **M. Fadhli**, I. Khedher, Z. Ksibi<br>*FST - Tunis*<br>Préparation et caractérisation des catalyseurs chiraux à base de titane et leurs applications dans des réactions d'oxydation énantiosélective | **PC98** |
| **A. Farhat**, M. Romdhane<br>*ENIG - Gabès*<br>Microwave Assisted Distillation « DAM »: An improved Apparatus for green desalination | **PC99** |
| **F. Ferhi**, S. Das, Y. Moussaoui, E. Elaloui, J. Garrido Yanez<br>*FSS - Sfax*<br>Characterization of *Nitraria retusa*'s stems | **PC100** |
| **A. Fray**, J. Ben Kraïem, H. Amri<br>*FST - Tunis*<br>An efficient synthesis of new aryl vinyl ethers and diethyl 1-[(alkyl)(cyano)methyl]vinylphosphonates | **PC101** |
| **W. Gabsi**, T. Boubaker, R. Goumont<br>*FSM - Monastir*<br>reactivite ambidente du 2,4-dinitroThiophene | **PC102** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **H. Gaffour**, M. Mokhtari Malika<br>*University of Tlemcen - Algeria*<br>Dégradation du 4-nitrophénol par les procédés Fenton et photo-Fenton | **PC103** |
| **C. Gannoun**, E.M. Gaigneaux, A. Ghorbel<br>*FST - Tunis*<br>Influence of zirconia addition in $TiO_2$ and $TiO_2$-$CeO_2$ aerogel supports on the textural, structural and catalytic properties of supported vanadia in the chlorobenzene oxidation | **PC104** |
| **A. Gannouni**, F. Delbecq, M. Saïd Zina, P. Sautet<br>*FST - Tunis*<br>Oxydation du méthane par des espèces de type $Pd^{IV}$-oxo et $Pd^{IV}$-peroxo greffés sur une zéolithe | **PC105** |
| **A. Garbout**, M. Férid<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Synthesis, X-ray diffraction investigations and spectroscopic analysis of new rare-earth-titanate pyrochlore –type oxides $LnEuTi_2O_7$ (Ln = Gd, Dy) | **PC106** |
| **A. Gharbi**, H. Oudadesse, H. El Feki<br>*FSS - Sfax*<br>Synthesis and physicochemical characterization of substituted bioactive glass | **PC107** |
| **A. Gharbi**, R. Bel Hassen, S. Boufi<br>*FSS - Sfax*<br>Composite materials from unsaturated polyester resin and olive nuts residue: The effect of silane treatment | **PC108** |
| **A. Ghazouani**, S. Boughammoura, J. M'halla<br>*FSM - Monastir*<br>Correlation between the mobility of a polyion and that of its counterions | **PC109** |
| **A. Ghribi**, M. Bagane<br>*ENIG - Gabès*<br>Adsorption of Methylene blue from aqueous solutions by clay | **PC110** |
| **L. Ghribi**, H. Ghouilaa, H. Ben Jannet<br>*FSM - Monastir*<br>Antioxidant activity of extracts and secondary metabolites from *Acacia cyanophylla* | **PC111** |
| **H. Guedouar**, F. Aloui, S. Moussa, B. Ben Hassine<br>*FSM - Monastir*<br>An alternative route to the synthesis of phenanthrenes | **PC112** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **R. Guermazi**, G. Clavier, A. Hedhli, P. Audebert<br>*ENSIT - Montfleury*<br>*F*-alkylation of dichloro-*s*-tetrazine | **PC113** |
| **S. Guezane Lakoud**, N.E. Aouf<br>*Badji Mokhtar University - Annaba, Algeria*<br>Synthesis of 2-(diethylphosphoryl) acetamise 2-ethanol derivatives and their chlorination and o-tosylation reaction | **PC114** |
| **S. Guiza**, B. Bagane<br>*ENIG - Gabès*<br>Recycling waste orange peel for Cu removal from waste water: Kinetic and equilibrium studies | **PC115** |
| **M. Hachicha**, M. Boukraa, M.L. Efrit<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis of novel oxathiazine dioxyde from imidates | **PC116** |
| **F. Hajbi**, H. Hammi, R. Solimando, A. M'nif<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Thermodynamic study of magnesium sulfate crystallization: application of Pitzer model and quinary diagrams | **PC117** |
| **A.H.E. Hajri**<br>*Académie Militaire - Sousse*<br>Preparations of liquid crystals and Fullerene C60 derivatives | **PC118** |
| **A.H.E. Hajri**, M.A. Ben Ali, M. Kaddachi<br>*Académie Militaire - Sousse*<br>Procédé chimique de recyclage des huiles de moteur usées | **PC119** |
| **Z. Hamden**, S. Boufi, S. Bouattour<br>*FSS - Sfax*<br>Elaboration des couches minces de $TiO_2$ modifié par Li-N: Application à la dégradation photocatalytique des polluants | **PC120** |
| **A. Hammami**, N. Raouafi<br>*FST - Tunis*<br>Indirect sensitive detection of dopamine using self-assembled electroactivemonolayers on gold electrode | **PC121** |
| **T. Hammedi**, M. Triki, Z. Ksibi, A. Ghorbel, F. Medina<br>*FST - Tunis*<br>Ru-Fe/$TiO_2$ for the catalytic wet hydrogen peroxide oxidation of p-hydroxybenzoic acid | **PC122** |
| **R. Hassani**, Y. Kacem, B. Ben Hassine<br>*FSM - Monastir*<br>Synthesis and biological assessment of some new chiral 4-substituted oxathiazolidin-2-oxides | **PC123** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **S. Hbaieb**, W. Kammoun, C. Delaite, M. Abid, S. Abid<br>*FSS - Sfax*<br>Application de la R.O.P dans la copolymérisation d'oligoesters furaniques avec l'ε-caprolactone | **PC124** |
| **S. Hbaieb**, A. Zaatour, R. Kalfat<br>*INRAP - Sidi Thabet*<br>Nouvelles phases solides pour l'extraction de la patuline | **PC125** |
| **M. Hermi**, S. Touil<br>*FSB - Bizerte*<br>Synthèse et réactivité d'α-ceto-β-alcenylphosphonates: Voie d'accès à de nouveaux dérivés de la 1,2,3-oxathiaphosphorine-2-sulfure | **PC126** |
| **N. Hfayedh**, M. El Maaoui<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis, characterization and optical properties of titanium oxide nanostructures doped $Gd_2O_3$ | **PC127** |
| **M.I. Houchati**, A.H. Hamzaoui, W. Paulus<br>*Technopole - Borj Cédria*<br>Réactions topotactiques entre les phases T'-$La_{2-x}Pr_xCuO_4$ et T-$La_{2-x}Pr_xCuO_4$ : *Explication de l'augmentation de la température de transition* | **PC128** |
| **H. Hrichi**, L. Monser, N. Adhoum<br>*INSAT - Tunis*<br>Amlodipine voltammetric sensor based on electropolymerized molecularly imprinted poly(aniline-co-anthranilic acid) film onto glassy carbon electrode | **PC129** |
| **Z. Jaafar**, R. Gharbi, M. Msaddek<br>*FSM - Monastir*<br>The cycloaddition of 1, 3-dipolar for the Synthesis of novel - 1,2,3-triazole derived from 1, 5-benzodiazepin-2-one | **PC130** |
| **D. Jabli**, K. Dridi, M.L. Efrit<br>*FSB - Bizerte*<br>A novel and efficient approach to the synthesis of 5-amino-1,2,4-triazoles-N-phosphonated from N-functionalized imidates | **PC131** |
| **F. Janene**, H. Dhaouadi, F. Touati<br>*INRAP - Sidi Thabet*<br>Synthèse, caractérisation et étude des propriétés optiques et électrochimiques des nanofleurs d'oxyde de cuivre(I) | **PC132** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **K. Jaouadi**, T. Mhiri, N. Zouari<br>*FSS - Sfax*<br>Structural and conductivity investigation of a new polyphosphate: $CsBi(PO_3)_4$ | **PC133** |
| **K. Jaouadi**, N. Nouiri, T. Mhiri, N. Zouari<br>*FSS - Sfax*<br>Thermal study and superprotonic behavior of the crystal: $Cs_2(HSO_4)_{1.5}(H_2AsO_4)_{0.5}$ | **PC134** |
| **A. Jebli**, S. Bouattour<br>*FSS - Sfax*<br>Elaboration de nanopoudre et de couche minces de $TiO_2$ dopé par Bi et associé au ZnS : Application à la dégradation photocatalytique des polluants organiques. | **PC135** |
| **A. Jelassi**, A. El Ayeb, H. Ben Jannet<br>*FSM - Monastir*<br>Phytochemical composition, allelopathic and antioxidant potentials of three tunisian *Acacia species* and characteristic profiles of their seed oils | **PC136** |
| **N. Jhider**, M. Bagane<br>*ENIG - Gabès*<br>Etude cinétique de séchage d'argile d'El-Hicha : Modélisation | **PC137** |
| **K. Kaabi**, C. Ben Nasr<br>*IPEIB - Bizerte*<br>Synthesis, characterization and supramolecular structure of a Cu(II) complex with the potentially bidentate ligand 2-amino-6-methylpyrimidin-4-(1*H*)-one: $[Cu(C_5H_7N_3O)_4]Cl_2.5H_2O$ | **PC138** |
| **I. Kacem**, N. Bouzouita<br>*ESIAT - Tunis*<br>Contribution à la détermination de la composition chimique et des composés bioactifs de deux espèces de champignons sauvages comestibles d'origine tunisienne. Evaluation de leur activité anti-radicalaire | **PC139** |
| **M.S. Kahouech**, K. Hriz, S. Touaiti, J. Bassem<br>*ISEFC - Le Bardo*<br>New antracene-zinc-phtalocyanine-based semi-conducting materials: Synthesis and optical proprieties | **PC140** |
| **S. Kammoun El Euch**, J. Bouajila, N. Bouzouita<br>*ESIAT - Tunis*<br>Chemical composition, anti-acetylcholinesterase and antioxidant activities comparison of essential oils of sage' leaves and flowers | **PC141** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **I. Ketata Khitouni**, N. Boudhrioua Mihoubi, A. Bouain<br>*FSS - Sfax*<br>Variation of the chemical composition of false scad *Caranx rhonchus fish* from the Gulf of Gabès (Tunisia): Protein, fat, fatty acids and mineral element contents | **PC142** |
| **S. Khalfallah**, G. Montavon, N. Batis<br>*INSAT - Tunis*<br>Speciation of bismuth in concentrated HCl solution with emphasis on $BiCl_6^{3-}$ specie | **PC143** |
| **M. Khemakhem**, N. Bouzouita<br>*ESIAT - Tunis*<br>Identidication and quantification of phenolic acids and flavonoids in olive mill waste water from two Tunisian varieties (Chetoui and Chemlali) | **PC144** |
| **N. Kouki**, B. Tangour<br>*IPEIM - El Manar*<br>Mechanistic study on the functioning of dye sensitized solar cells DSSC | **PC145** |
| **I. Labidi**, M. Elmaaoui, A. Megriche<br>*FST - Tunis*<br>Fabrication and study of the hydration of some samples of HRS cement | **PC146** |
| **I. Lamouchi**, S. Touil<br>*FSB - Bizerte*<br>Synthèse de 2-amino-3-cyano-6-phosphonoéthylpyranes | **PC147** |
| **A. Laouiti**, F. Couty, T. Boubaker, G. Evano<br>*FSM - Monastir*<br>La réactivité des ynimines avec KHMDS | **PC148** |
| **H. Louati**, J.C. Majesté, M. Jaziri<br>*ENIS - Sfax*<br>Modification chimique des nanoparticules de silice utilisées comme charge dans les mélanges de polymères | **PC149** |
| **A. Maaloul**, E. Saadaoui, M. Romdhane<br>*ENIG - Gabès*<br>Effet de l'irrigation par les eaux usées traitées sur le rendement et la composition chimique d'Eucalyptus camaldulensis Dehnh. cultivée au sud Tunisien | **PC150** |
| **H. Mahjoub**, C. Stevens, S. Touil<br>*FSB - Bizerte*<br>Nouvelle synthèse de 3,5-diphosphonylpyridines | **PC151** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **S. Mahmoudi**, M. Saidi, A. Belhaj Mohamed, F. Rezgui<br>*FST - Tunis*<br>Biomarkers characterization of Devonian, Basin Ghadames, southern Tunisia | **PC152** |
| **M. Marghsi**, -<br>*University of Ferhat Abbes, Sétif1 - Algeria*<br>Profils de température et de conversion lors d'une réaction de polymérisation dans un réacteur tubulaire | **PC153** |
| **A. Marzouki**, A. Megriche, K. Zehani, L. Bessais<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis and characterization of bismuth ferrite $BiFeO_3$ by hydrothermal method | **PC154** |
| **F. Masmoudi**, F. Fenouillot, E. Ammar, M. Jaziri<br>*ENIS - Sfax*<br>Study of the degradation and yellowing of the PET after recycling | **PC155** |
| **A. Mayoufi**, M. Romdhani Younes, M.M. Chaabouni<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis of ω-acetylenic alcohols from *β*,*β'*-dihydroxy dithioethers | **PC156** |
| **F. Mbarki**, F. Meganem<br>*FSB - Bizerte*<br>Adsorption of metals cations by modified PVC through aqueous solutions | **PC157** |
| **L. Mechi**, M. Azizi, I. Trabelsi, M. Ben Amor<br>*CERTE - Borj Cédria*<br>Optimisation de l'élimination des ions sulfures par un additif naturel | **PC158** |
| **A. Meddeb**, F. Rezgui<br>*FST - Tunis*<br>Towards flavanones and flavones from functionalized tetrahydronaphtalenes | **PC159** |
| **R. Mejdoub**, H. Hammi, M. Khitouni, A. Mnif<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>The use of amorphous cement powder as admixture to the Portland cement composite | **PC160** |
| **S. Mekni**, B. Sondes, S. Touil<br>*FSB - Bizerte*<br>Analyses des résidus des biphényles polychlorés (PCB) dans un organisme marin clovisses (*Rudipates decussatus* ) par chromatographie phase gazeuse (CPG-ECD) | **PC161** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **A. Messaâdi**, N. Dhouibi, H. Hamda, D. Das, N. Ouerfelli, A.H. Hamzaoui<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>New proposed equation for study of the rheological properties of ketchup | **PC162** |
| **R. Metoui**, J. Bouajila, S. Cazaux, M. Neffati, A. Akrout<br>*FSS - Sfax*<br>The effect of the extraction method on the chemical composition and the biological activities of the Artemisia campestris L. extarcts | **PC163** |
| **F. Metref**, F. Louzri, S. Bennour<br>*University of Sciences and Technology - Algeria*<br>Investigation of swelling and thermal behavior of poly (N-hydroxymethylacrylamide -*CO*- acrylic acid) based hydrogels | **PC164** |
| **A. Mhamdi**, A. Wahbi, S. Touil<br>*FSB - Bizerte*<br>Synthèse monotope et efficace de γ-aminophosphonates et phosphinoxydes | **PC165** |
| **L. Mhamdi**, R. Ben Salem<br>*FSS - Sfax*<br>Ultrasonic activation of Nozaki-Hiyama-Kishi coupling reactions catalyzed by chromium in the presence of ALIQUAT-336 | **PC166** |
| **O. Mhasni**, F. Rezgui<br>*INRAP - Sidi Thabet*<br>Nucleophilic substitutions of Morita-Baylis-Hillman adducts: A facile and highly efficient synthesis of *N*-substituted imidazoles | **PC167** |
| **R. Milad**, K. Essalah, M. Abderrabba<br>*IPEST - La Marsa*<br>Theoretical study of end-group effects on poly(*p*-phenylene vinylene)s | **PC168** |
| **K. Mkadmini Hammi**, R. Ksouri, H. Majdoub<br>*CBBC - Borj Cédria*<br>Etude des propriétés antioxydantes et caractérisation physico chimique des polysaccharides issus de *Zizyphus Lotus* (L.) | **PC169** |
| **A. Mnif**, A. Gharrad, B. Hamrouni<br>*FST - Tunis*<br>Influence des paramètres opératoires sur l'élimination du résorcinol par osmose inverse | **PC170** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **S. Moussa**, F. Aloui, B. Ben Hassine<br>*FSM - Monastir*<br>Synthèse et résolution d'un nouveau thiahexahélicène | **PC171** |
| **Y. Moussaoui**, N. Mnasri, E. Elaloui, R. Ben Salem<br>*FSG - Gafsa*<br>Development of composite Gel for heal injuries from chitosan and activated carbon | **PC172** |
| **I. Naghmouchi**, M. Pere, S. Boufi<br>*FSS - Sfax*<br>Composites à base de farine de noyaux d'olive : Une étape pour la valorisation des résidus solides de l'extraction de l'huile d'olive | **PC173** |
| **N. Naghmouchi**, K. Nahdi<br>*FSB - Bizerte*<br>Adsorption des colorants textiles par une argile naturelle de la région de Nabeul | **PC174** |
| **N. Naily**, A. Mostefai, A. Rahmouni, E. Srasra, M.L. Efrit, N. Besbes<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Efficient transformation of aldehydes into dioxolanes over silica and alumina: Spectroscopic study and theoretical calculation | **PC175** |
| **O. Naouali**, L. Baklouti, H. Soleiman<br>*FSB - Bizerte*<br>Cation binding by some pyranopyridothiazole derivatives | **PC176** |
| **R. Nasri**, M.F. Zid, A. Driss<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis, crystal stucture and caracterization of a new alluaudite type $Na_4Co(MoO_4)_3$ | **PC177** |
| **F. Nouri**, G.Panczer, M. Trabelsi-Ayadi, R. Ternane<br>*FSB - Bizerte*<br>Synthèse, caractérisation et étude des propriétés de luminescence des apatites sulfatées | **PC178** |
| **A. Omrani**, S. Poulain-Martini, F. Rezgui, E. Duňach<br>*FST - Tunis*<br>$In(OTf)_3$-catalyzed allylation of aromatic rings with cyclic MBH acetates | **PC179** |
| **R. Omrani**, M.L. Efrit, A. Ben Akacha<br>*FST - Tunis*<br>Powerful tools for the synthesis of phosphonates thioimidates, amidines, amidrazones and thioamides N-acylated derivatives | **PC180** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **N. Omri**, M. De Person, M. Abderrabba, F. Moussa<br>*IPEST - La Marsa*<br>Addition du tryptophane-méthyle-ester sur le [60] fullerène : Synthèse et caractérisation | **PC181** |
| **O. Ouerfelli**, R. Besbes<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis of 2-hydroxymethylaziridines as precursors of 1,3-oxazolidin-2-ones | **PC182** |
| **F. Oueslati**, M. Oueslati, Hanene Chaaben, Abed El Beki, M. Ben Amor<br>*CERTE - Borj Cédria*<br>Détection des fongicides dans les eaux de surface par LC ESI MSMS | **PC183** |
| **Y. Oueslati Ferchichi**, F. Rezgui<br>*FST - Tunis*<br>Cascade synthesis of a novel series of fused pyridines derivatives | **PC184** |
| **A. Radhouani**, M. Béji<br>*FST - Tunis*<br>Synthèse d'une nouvelle famille de 1, 2, 3-triazole par la chimie click | **PC185** |
| **F. Raies**, M. Chaabouni<br>*ENIS - Sfax*<br>Preparation, characterization, and evaluation of dispersing power of sulfated amides of olive pomace oil fatty acids | **PC186** |
| **S. Rajhi**, S. Bouabdallah, M.R. Driss, S. Touil<br>*FSB - Bizerte*<br>Analysis of residues polybrodiphenyles ether (PBDE) in a marine organism (EEL ' ANGUILLA ANGUILLA ') by gas chromatography (GC-ECD) | **PC187** |
| **A. Raouafi**, N. Raouafi, R. Besbes<br>*FST - Tunis*<br>Optimization of an esterification reaction of ferrocene-based compounds and application in surface modification | **PC188** |
| **A. Rebhi**, N. Njah<br>*FSS - Sfax*<br>Caractérisation des alliages d'aluminium de fonderie à base de silicium: Effet des traitements thermiques | **PC189** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **M.A. Rekik**, T. Khelfa, J.M. Cabrera Marrero, M. Khitouni<br>*FSS - Sfax*<br>Microstructural and mechanical properties caracterisations of Al based alloys prepared by equal channel angular pressing | **PC190** |
| **M. Riahi**, N. Raouafi, H. Maghraoui-Meherzi<br>*FST - Tunis*<br>Electrochemical deposition of semiconducting bismuth sulfide thin films on ITO substrates | **PC191** |
| **A. Saad**, I. Bakas, M. Abderrabba, M.M. Chehimi<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis and characterisation of mesoporous PAAM-$NH_2$-MCM-41 adsorbent | **PC192** |
| **A. Saadaoui**, R. Medimagh, A. Bonhomme, C. Sanglar, S. Chatti, H. Casabianca, M. Said Zina<br>*INRAP - Sidi Thabet*<br>New biosourced molecularly imprinted polymer: Synthesis, characterization and study of the extraction capacity of methyltestosterone | **PC193** |
| **A. Saadi**, N. Haddad, A. Löfberg, R.N. Vannier, E. Bordes-Richard, C. Rabia<br>*USTHB University - Algeria*<br>Benzaldehyde reduction over Cu-Al-O bimetallic oxide. influence of catalyst preparation pH | **PC194** |
| **F. Saadi**, A. Arfaoui, H. Amri<br>*FST - Tunis*<br>Efficient synthesis of substituted vinyl ethers | **PC195** |
| **I. Sahli**, O. Ghodbane, M. Abdellaoui<br>*INRAP - Sidi Thabet*<br>Synthesis, Structural Investigation and Electrochemical Characterization of $LaZr_2Cr_4Ni_5$ –based Metal Hydride Alloys | **PC196** |
| **R. Sahli Gannouni**, J. Bahri, I. Tapsoba, K. Boujlel, N. Raouafi<br>*INRAP - Sidi Thabet*<br>Solvent effects on the electrochemical behavior of TAPD-based redox-responsive probes for Cadmium(II) | **PC197** |
| **H. Said**, R. Fezei, A. M'nif<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Etude de l'évaporation de la saumure naturelle de Chott El Jerid | **PC198** |
| **K. Said**, R. Ben Salem<br>*FSS - Sfax*<br>Suzuki Reaction By Palladium Complexes In Biphasic Media Under Ultrasonic Irradiation | **PC199** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **K. Said**, L. Mhamdi, R. Ben Salem<br>*FSS - Sfax*<br>Ultrasonic activation of Sonogashira reaction in the presence of Aliquat-336 at ambient conditions | **PC200** |
| **I. Saidi**, I. Soutrel, D. Floner, F. Fourcade, A. Amrane, F. Geneste, N. Bellakhal<br>*INSAT - Tunis*<br>Elctroreduction as pretreatment to enhance biodegradability of metronidazole | **PC201** |
| **W. Saidi**, M. El Maaoui<br>*FST - Tunis*<br>Sol–gel synthesis, structural and optical properties of boron-doped $TiO_2$ thin films deposited on ITO glass substrates | **PC202** |
| **T. Saied**, N. Jelaiel, M.L. Efrit, C. Comoy, Y. Fort<br>*FST - Tunis*<br>Synthèse d'hétérocycles oxygéno-azotés complexes via des iminoesters fonctionnalisés | **PC203** |
| **R. Sakly**, M.M. Rammeh, M. Askri<br>*FSM - Monastir*<br>Cycloaddition dipolaire- 1,3 des aryles nitriles oxydes sur les dérivés isoindolinones | **PC204** |
| **H. Salhi**, Z. Trabelsi, M. Hichri, D. Das, N.O. Alzamil, N. Ouerfelli<br>*FST - Tunis*<br>Correlation between the reduced Redlich-Kister functions and the limiting excess partial molar properties of N,N-dimethylacetamide + 2-ethoxyethanol binary mixtures | **PC205** |
| **M. Samcha**, W. Dhaoui Ammar<br>*ETAP/CRDP*<br>Isolation et purification des paraffines pétrolières | **PC206** |
| **S. Sebai**, F. Ben Brahim, R. Mahiou<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis, structural and spectroscopic characterizations of $Li_{(x)}Na_{(1-x)}Y_{(1-y)}Eu_{(y)}(PO_3)_4$ compounds | **PC207** |
| **W. Selmi**, J. Abdelhak, M.F. Zid, Ahmed Driss<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis and crystal structure of an unusual dinuclear μ-oxo bridged iron(III) complex | **PC208** |
| **A. Siaï**, K. Horchani-Naifer, M. Férid<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Synthesis, structural and optical properties of $LaHoO_3$ | **PC209** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **S. Slama**, R. Besbes<br>*FST - Tunis*<br>Diastereoselective synthesis of novel functionalized 1,2,3-oxathiazolidine-2-oxides configurational assignment and versatility | **PC210** |
| **H. Slimi**, Y. Moussaoui, R. Ben Salem<br>*FSS - Sfax*<br>Synthesis of some 3,4-dihydropyrimidinones/thiones and the evaluation of their antibacterial and antioxidant activity | **PC211** |
| **S. Sliti**, S. Ayadi, M.A. Khouja, D. Perrin, M. Abderrabba<br>*IPEST - La Marsa*<br>Geographical variation of *Pistacia lentiscus* leaves: A comparative antioxidant and lipid peroxidation inhibition of its different extracts | **PC212** |
| **A. Snoussi**, M. Arfaoui, N. Bouzouita<br>*ESIAT - Tunis*<br>Etude de l'effet du traitement thermique sur la composition chimique et l'activité antioxydante d'un extrait éthanolique des feuilles de *Myrtus communis* L. | **PC213** |
| **M.A. Tabarki**, R. Besbes<br>*FST - Tunis*<br>Synthèse d'imidazolidin-2-ones et d'oxazolidin-2-imines à partir d'aziridine-2-carboxylates | **PC214** |
| **W. Tahri**, B. Samet, F. Pacheco.Torgal, J.L. Barroso De Aguiar, C. Jesus, S. Baklouti<br>*FSS - Sfax*<br>New geopolymeric repair mortar based on a calcined tunisian clay | **PC215** |
| **S. Taktouk**, H. Amri<br>*FST - Tunis*<br>Synthesis of new heterocyclic systems from functional acrylic derivative | **PC216** |
| **I. Talbi**, B. Witulski, S. Touil<br>*FSB - Bizerte*<br>From ynamides towards fused heteroacenes for optoelectronics | **PC217** |
| **N. Tka**, B. Ben Hassine<br>*FSM - Monastir*<br>Synthesis of chiral α-hydrazino acids from amino acids | **PC218** |
| **M. Touati Hadj Youssef**, M. Benna Zayani, M. Ben Amor<br>*FSM - Monastir*<br>Removal of organic molecules from water by natural sorbents | **PC219** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **Z. Trabelsi**, H. Salhi, M. Hichri, D. Das, A.A. Al-Arfaj, N. Ouerfelli<br>*ISTMT - Tunis*<br>Effect of the boiling point on the viscosity Arrhenius temperature for some pure liquid solvents | **PC220** |
| **A. Turki**, C. Guillard, F. Dappozze, Z. Ksibi, G. Berhault, H. Kochkar<br>*FST - Tunis*<br>Phenol photocatalytic degradation over anisotropic $TiO_2$ nanomaterials: Kinetic study, adsorption isotherms and formal mechanisms | **PC221** |
| **F. Turki**, H. Abderrazak, F. Schoenstein, M. Abdellaoui, N. Jouini<br>*INRAP - Sidi Thabet*<br>Effect of temperature and holding time on $Ti_3SiC_2$ formation from Ti/SiC powders mixture by spark plasma sintering | **PC222** |
| **T. Turki**, M. Ferid<br>*CNRSM - Borj Cédria*<br>Synthesis and characterization of hybrid compounds hydroxyapatite-polyacrylic acid | **PC223** |
| **A. Wahbi**, S. Touil<br>*FSB - Bizerte*<br>Action de l'hydrazine sur les diphényl-γ-cétophosphonates: Synthèse de nouveaux dérivés de la 1,2,3-diazaphosphorine | **PC224** |
| **I. Wecherine**, W. Smirani Sta, M. Rzaigui<br>*FSB - Bizerte*<br>Synthèse et étude structurale d'un nouveau orthopériodate de piperazinium | **PC225** |
| **M. Yahyaoui**, A. Samarat, S. Touil<br>*FSB - Bizerte*<br>Réduction et amination réductrice de γ,γ'-diphosphonylcétones: Synthèse de nouveaux hydroxy- et amino-γ,γ'-bisphosphonates symétriques | **PC226** |
| **A. Zaouak**, F. Matoussi, M. Dachraoui<br>*FST - Tunis*<br>Etude du comportement électrochimique du Diclofop méthyle par voltamétrie cyclique | **PC227** |
| **M. Zayane**, A. Romdhane, H. Ben Jannet<br>*FSM - Monastir*<br>Synthesis and biological activities of new coumarin derivatives bearing isoxazoles and isoxazolines | **PC228** |

| Name | Ref |
|---|---|
| **M. Znati**, H. Ben Jannet, S. Cazaux, J. Bouajila<br>*FSM - Monastir*<br>Isolation of secondary metabolites from *Ferula lutea* and evaluation of their antioxidant, anti-inflammatory and cytotoxic properties | **PC229** |

# Posters Communications' Abstracts

# X-RAY DIFFRACTION, IR AND RAMAN STUDY OF THE NEW MIXED COMPOUND $RB_{1.89}NA_{0.11}(SO_4)_{0.89}(SEO_4)_{0.11}TE(OH)_6$

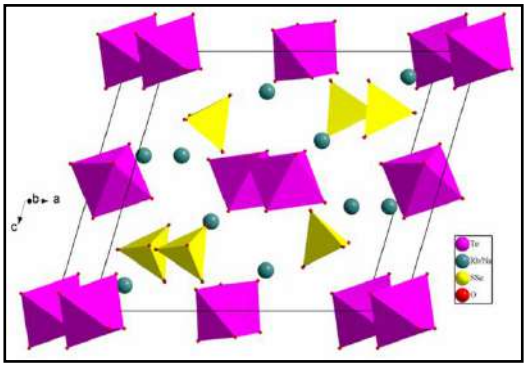
Mohamed Abdelhedi[a], Manel Djemal[a],
Mohamed Dammak[a], Abdelwaheb Kolsi[a]

*[a] Laboratoire de Chimie Inorganique, Université de Sfax, Faculté des Sciences de Sfax, BP 1171, 3000 Sfax, Tunisia.*

At room temperature, the new compound $Rb_{1.89}Na_{0.11}(SO_4)_{0.89}(SeO_4)_{0.11}Te(OH)_6$ crystallizes in the monoclinic system with space group $P2_1/c$. The unit cell parameters are: a= 13.655 Å (4), b= 6.681 Å (4), c= 11.497 Å, β= 107.07° (3), V= 1002.60(5) $Å^3$, Z= 4 and $\rho_{cal}$= 3.26 $gcm^{-1}$.

The main feature of this atomic arrangements is the coexistence of three and different anions ($SO_4^{2-}$, $SeO_4^{2-}$ and $TeO_6^{6-}$ groups) in the unit cell, connected by hydrogen bonds which make the building of the crystal. The distribution of atoms can be described as isolated $TeO_6$ octahedral and $S/SeO_4$ tetrahedral occupying the same positions. The $Rb^+$ and $Na^+$ cations, are located between these polyhedral. The ment in the lattice are spreolecular species present in the lattice are $S/SeO_4^{2-}$ tetrahedral and $TeO_6^{6-}$ octahedral disposed in a number of sheets.

Raman spectra of the material recorded at various temperatures (300−500 K) in the frequency range 100-1000 $cm^{-1}$ and IR spectra achieved at room temperature between 600 and 3500 $cm^{-1}$, confirm the presence of all the phase transitions detected in the material and show that anionic groups coexist independently in the same crystal.




**Projection the crystal structure of $Rb_{1.89}Na_{0.11}(SO_4)_{0.89}(SeO_4)_{01.1}Te(OH)_6$**

# PURIFICATION DE L'ACIDE PHOSPHORIQUE SYNTHETIQUE PAR PRECIPITATION DE COMPLEXES ORGANOPHOSPHORES

Abdennebi Narjes[a], Goutaudier Christelle[b], Bagane Mohamed[a]

*[a)] Unité de recherche Thermodynamique Appliquée, ENIG Gabès (a)*
*[b)] Laboratoire des Multimatériaux et Interfaces, LMI Villeurbanne France (b)*

L'objectif très appliqué de ce travail concerne l'étude des conditions d'élimination des métaux lourds contenues dans l'acide phosphorique industriel. Le coût élevé des procédés d'extraction actuels, l'altération du milieu ou l'impossibilité de répondre aux normes désirées, demeurent pour l'instant un frein à l'application industrielle de ces procédés.

Pour cela nous avons pensé à commencer avec la purification d'un acide phosphorique synthétique, ou on cherche à mettre au point une méthode de séparation simple et efficace basée sur la précipitation de complexes organométalliques en milieu acide grâce à son avantage d'éliminer le précipité par simple filtration.

On a étudié dans cette partie la précipitation des métaux présents dans l'acide phosphorique industriel en grande quantité (>2500 ppm) comme l'aluminium et le fer à travers l'emploi d'un complexant organophosphoré caractérisé par son groupe chimique qui rend ce réactif soluble ou tout au moins parfaitement dispersible dans ces milieux hyperacides.

L'influence des divers paramètres (teneur en acide, temps de contact, stœchiométrie complexant/ métal, température…) ont été mesurées sur des solutions synthétiques mono-métalliques puis tenant en compte la synergie de deux métaux. Le traitement a été effectué dans des micros réacteurs à double enveloppes où on a obtenu des taux d'abattement de plus de 90% avec l'aluminium et environ 80 % pour le cas de fer sans optimisation.

**Key words**: Purification, précipitation, métaux lourds, acide phosphorique, complexation.

# DEGRADATION PHOTOCATALYTIQUE DES POLLUANTS ORGANIQUES EN PRESENCE DE COUCHES MINCES DE $TiO_2$ DEPOSEES SUR DES FIBRES DE CELLULOSE

Marwa Abid [a], Sami Boufi [b], Soraa Bouattour [a]

[a] *Laboratoire de CHIMIE INORGANIQUE, Faculté des sciences de Sfax, Université Sfax, Tunisie*
[b] *Laboratoire LMS, Faculté des sciences de Sfax, Université Sfax B.P. 802-3018 Sfax, Tunisie*

La décomposition de polluants dans l'eau représente depuis quelques années, un intérêt environnemental croissant. Outre les problèmes relatifs à la santé, les composés polluants sont généralement des composés odorants, ce qui accentue la sensation de gêne et de mal être des gens. Leur élimination suscite par conséquent, depuis quelques années, un intérêt environnemental croissant. L'une des techniques les plus prometteuses qui pourrait satisfaire les exigences demandées est la dégradation photocatalytique des polluants.

L'idée de recourir aux rayonnements solaires comme source d'excitation ou d'activation photochimique pour le $TiO_2$ est un concept qui séduit de nombreuses équipes et laboratoires de recherche. Notre approche consiste à immobiliser le $TiO_2$ sur des fibres de cellulose à température ambiante et d'activer la cristallisation des échantillons par un traitement hydrothermal.

Une caractérisation des échantillons a été réalisées à travers des mesures par diffraction des rayons X et spectroscopie raman dans le but d'identifier la phase cristalline et suivre la cristallinité du $TiO_2$.

Lors des essaies de dégradation, les performances photocatalytiques des échantillons élaborés ont été évaluées. Plusieurs familles de polluants organiques ont été testées. Des rendements très intéressants ont été observés notamment pour les colorants comme le bleu de méthylène et le Rouge de méthylène. Des études de réutilisation de ces photocatalyseurs ont également été menées. Une augmentation légère et progressive a été mise en évidence lors de la succession des cycles de dégradation.

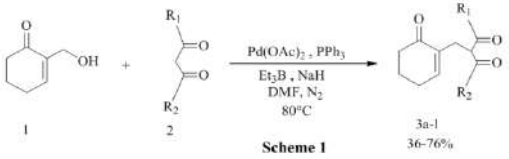
# Palladium-catalysed allylation of 1, 3-dicarbonyl coumpounds with a MBH alcohol

Ahlem Abidi and Farhat Rezgui

*Université de Tunis El Manar, Laboratoire de Chimie Organique Structurale et Macromoléculaire Faculté des Sciences de Tunis*
E-mail: labidiahlem@hotmail.fr

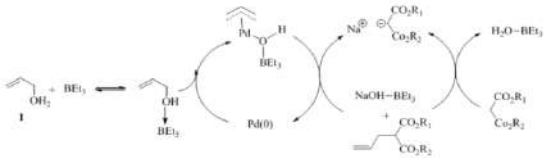
The palladium complexes have a very important role in organic synthesis due to their ability to catalyse a large number of various reactions.The allylation one, catalysed by palladium, is a reliable method for the formation of C-N, C-O and C-C bonds[1] . In a previous work, Kimura and al.[2] showed that the presence of $Et_3B$ and a base (NaH or $Et_3N$) is essential for a palladium-catalyzed allylic reaction of 1, 3-dicarbonyl compounds with allylic alcohols.

In this context, we examined the scope of the catalytic system, $Et_3B/Pd(OAc)_2$, for a series of active methylene compounds **2** using the Morita–Baylis-Hillman (MBH) alcohol **1**. Under these conditions, the reaction worked well and gave the allylation products **3a-l** in moderate to good yields (Scheme 1).



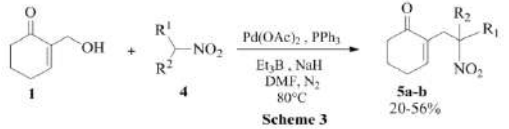

**Scheme 1**

We believe that reaction mechanism could be the following (Scheme 2).



**Schema 2.** Proposed mechanism for the direct allylation of 1, 3-dicarbonyl compounds.

Encouraged by these successful results on the allylation of β-dicarbonyl compounds with the alcohol **1** in the presence of NaH, we attempted to extend this methodology to other carbon pronucleophiles, i.e., 1-nitro- and 2-nitropropanes, under the above conditions. Derivatives **5a–b** were therefore obtained in 20–58% yields (Scheme 3)




**Scheme 3**

[1] Godleski, S. A. Comprehensive Org. Syn.; Trost,B. M., Fleming, I., Paquette, L. A., Eds.; Pergamon: Oxford, **1991**, 4, 585.
[2] Kimura, M. ; Mukai R. ; Tanigawa, N. ; Tanaka,S. ; Tamaru Y. ; *Tetrahedron Lett.* **2003**, *59*, 7767.

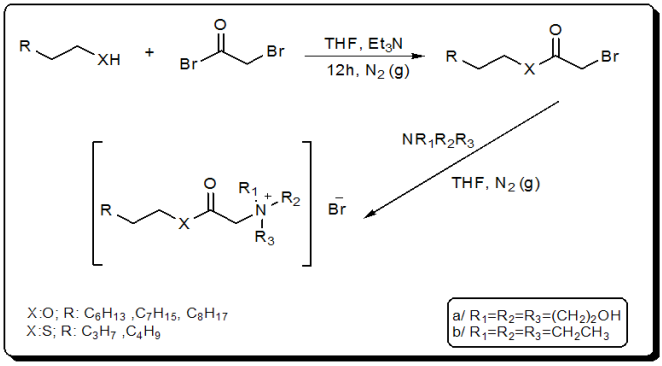
# Synthesis and characterization of new cationic surfactants intended for hybrid mesoporous silica nanoparticles

Maroua ABIDI*, Abdelkader KRIAA*, Ahmed HEDHLI*

**Laboratoire de Chimie Moléculaire Organique (UR13ES13), Ecole Nationale Supérieure d'ingénieurs de Tunis, 5 avenue Taha Hussein, 1089, Tunis, Tunisie*
E-mail: abidi.maroua2@gmail.com

The synthesis of cationic surfactants has been widely studied in the literature because they are used in many fields such as agrochemicals, pharmacology, preparation and stabilization of paints.

The present work focuses on the synthesis and characterization of a new series of cationic surfactants type quaternary ammonium. This synthesis is based on tertiary amines and the intermediaries which synthesized from reaction of thiols or alcohols with bromoacetyl bromide in anhydrous THF [1]. The quaternary ammonium was obtained by the action of these intermediates with tertiary amines [2] (scheme 1). These surfactants will be used in the synthesis of mesoporous hybrid silica nanoparticles according to the sol-gel processing.




**Scheme 1**

**References:**

[1]. A. Sismondi, P. Abenin, L. Joncheray, A. Cambon, Journal of Fluorine Chemistry, 1992, 59, 127-132

[2]. L. Caillier, E. T. Givenchy, R. Levy, Y. Vandenberghe, S. Geribaldi, Journal of Colloid and Interface Science, 2009, 332, 201-207

# Etude théorique de la réactivité d'un complexe du ruthénium vis à vis des oléfines substituées

ACHOUR Sofiene[(a)] ; TANGOUR Bahoueddine[(a)]

*[(a)]Université de Tunis El Manar, Unité de Recherche en modélisation des sciences fondamentales et didactiques, Equipe de chimie théorique*

Le travail que nous avons effectué est consacré à l'étude théorique au niveau DFT/B3LYP des complexes formés par les réactions chimiques de $RuH_2(H_2)_2(PCy_3)_2$avec une série d'oléfines portant des groupements σ-donneur (Figure 1).

Cette étude théorique nous a clarifié, d'une part, la nature des liaisons menant à des complexes stables et d'autre part a permis d'affirmer ou infirmer la structure proposée par l'expérimentateur. L'analyse NBO permet de connaître la nature des liaisons chimiques et le degré d'activation des liaisons complexées (σ ou π). Ceci se traduit par un allongement de leurs longueurs de liaison comme conséquence de la double interaction impliquant les deux orbitales (σ ,σ*) de $H_2$ et (π ,π*) des oléfines avec les orbitales du métal.

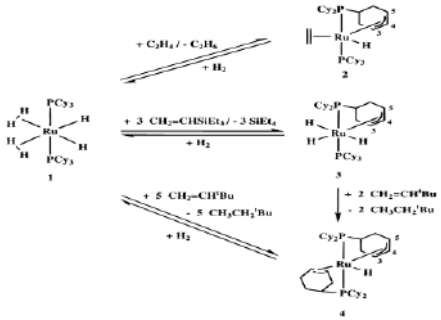
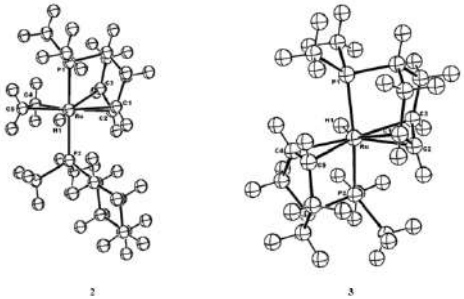



**Figure 1**

On représente ici quelques structures intermédiaires optimisées**.**




**Mots clés :** Catalyse homogène, complexes du ruthénium, DFT

# ADSORPTION DU PHENOL PAR DES CHARBONS ACTIFS EFFET DE SOLVANT

Addoun Abdelhamid[a], Temdrara Larbi[b]

*[a)] USTHB, Faculté de Chimie, Alger, Algérie*
*[b)] Université de Chlef, Algérie*

L'étude de l'adsorption du phénol, en milieu aqueux, par des charbons actifs préparés par activation chimique de deux houilles Algériennes (M et D) montre une adsorption concomitante des molécules de solvant. En effet, les résultats obtenus montrent que les surfaces occupées par les molécules de phénol adsorbé sont beaucoup plus faibles que les surfaces spécifiques des charbons actifs correspondants. Par ailleurs, les capacités d'adsorption de ces charbons actifs vis-à-vis du phénol sont importantes (238 mg/g et 216 mg/g pour MCs800 et MRb800, respectivement) et nettement plus élevées que celles des houilles non activées (95 mg/g et 86 mg/g pour M et D, respectivement).

**Mots clés :** Activation ; Porosité ; Adsorption ; Phénol.

# REMOVAL OF MALACHITE GREEN DYE ONTO BECHAR CLAY: EQUILIBRIUM ISOTHERMS AND KINETIC STUDIES

F. Addoun[a] and M. Belhachemi[a,b]

[a]*Laboratoire d'étude physico-chimique des matériaux et application à l'environnement, Faculté de Chimie, USTHB, B.P.32, El Alia 16111 Bab Ezzouar Alger, Algeria*
[b] *Laboratoire de Fiabilité des matériaux et des structures en région saharienne. Faculté des Sciences et Technologie, Université de Béchar, B.P 417, 08000 Béchar, Algeria*

Recent estimates suggest that more than 1.1 billion people do not have access to save drinking water (Bartram 1999). However, a large amount of water is consumed by textile manufacturing processes, after the wastewater from this industry can be introduced into aquatic systems.

This work investigated the potential use of clays as alternative adsorbents for removal of dyes from wastewater. The adsorption of malachite green (MG) on clay from Bechar region (south of Algeria) was studied. The effect of dye concentration, pH and temperature were experimentally studied to evaluate the adsorption capacity, kinetics and equilibrium. Experimental results revealed that optimal adsorption took place at basic pH and high dye concentration. The dye uptake process obeyed the pseudo second order kinetic expression. Thermodynamic studies showed malachite green adsorption on studied clay was exothermic and spontaneous in nature. The maximum adsorption capacity of MG calculated from Sips isotherm model is 866 mg/g.

Finally, the results indicate that this local clay could be employed as low-cost alternative for removal of cationic dye from industrial wastewater.

**Key words:** Clay; adsorption; dye; isotherms; kinetics

## References

Bartram, J., 1999. Effective Monitoring of Small Drinking-water Supplies in Providing Safe Drinking-water in Small Systems, Cotruvo A, Craun G and Hearne N (Eds). CRC Press, Boca Raton, USA, pp: 353-365

# SYNTHESIS OF A NEW HEXACYCLIC HELICENE

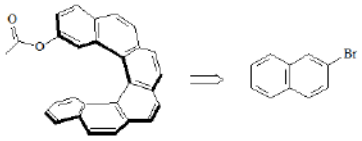
Faouzi Aloui, Béchir Ben Hassine

*Laboratory of organic asymmetric synthesis and homogenous catalysis, Department of chemistry, Faculty of Sciences-Monastir 5019-Tunisia*
e-mail: aloui.faouzi@laposte.net

Helicenes are polycyclic aromatic hydrocarbons composed of *ortho*-fused aromatic rings resulting in helical chiral and highly conjugated structures. Their specific chiral structure is due to the repulsive steric interactions between the terminal aromatic rings resulting in *left* and *right*-handed chiral helical structures of *M* and *P* configurations, respectively. They exhibit specific optical rotation depending on the gross structure, and fine geometry and electronic interactions.

Helical backbones, which combine electron delocalization and non-planarity of the π-electron network, demonstrate various properties and applications such as circularly polarized luminescence,[1] as potentially useful components in chiral discotic liquid crystalline materials,[2] as building blocks for helical conjugated polymers[3]and as chiral catalysts and ligands in asymmetric syntheses[4] because of their rigid framework, high optical stability and resistance to isomerization.

In this communication, we report the synthesis of the new chiral helical hexacyclic system **1**, from a simple naphthalene building block in good yield and purity, via a four-step sequence involving Heck coupling and oxidative photocyclization.[5] Suitable crystals of the latter indicate that its conformation closely resembles that of unsubstituted [6]helicene, whose idealized symmetry is $C_2$. The optical properties of the hexacyclic helicene were investigated and show interesting behaviour.




1

**Keys words**: Helicenes, chirality, Heck coupling, photocyclization, optical properties.

**References**

[1] Field, J. E.; Muller, G.; Riehl, J. P.; Venkataraman, D. *J. Am. Chem. Soc*. **2003**, *125*, 11808-11809.
[2] Verbist, T.; Sioncke, S.; Persoons, A.; Vyklicky, L.; Katz, T. J. *Angew. Chem., Int. Ed*. **2002**, *41*, 3882-3884.
[3] Fox, J. M.; Lin, D. *J. Org. Chem*. **1998**, *63*, 2031-2038.
[4] Kawasaki, T.; Suzuki, K.; Licandro, E.; Bossi, A.; Maiorana, S.; Soai, K. *Tetrahedron: Asymmetry* **2006**, *17*, 2050-2053.
[5] F. Aloui, S. Moussa, B. Ben Hassine, *Tetrahedron Lett*., **2012**, *53*, 3216-3219.

# EXTRACTION OF COPPER FROM AN ACIDIC AQUEOUS MEDIUM USING IMPREGNATED CATION EXCHANGE RESIN

Mourad AMARA, Hacène KERDJOUDJ

*Laboratoire d'hydrométallurgie et chimie inorganique moléculaire,*
*Faculté de chimie, USTHB, BP 32 El Alia 16111 Alger*
mamara@usthb.dz ; mo_amara@yahoo.fr

This study constitute an application of the ion exchange resin material to the extraction of copper ion from acidic aqueous solution in the presence of some interfering metallic ions and in the presence of organic compound.
Separation of such metal ions has attracted great interest from scientists and a number of methods have been developed for achieving it.
The presented study is an attempt to apply novel properties of amberlyst 200 resin which is modified by tetraalkyl ammonium molecules. The exchange of ions from and to aqueous solution has been improved and selective behaviour was observed.
The selectivity is linked either to a new hydrophilic/hydrophobic balance or to the competitive transport from the interface solution/resin to the bulk of resin.
Experiments were carried out by classical procedures of static or dynamic circulation of liquids using adapted equipment allowing a multistage separation.
The structure of the four agents of modification (methyl, butyl, octyl and dodecyl) as a tetralalkylammonium in respective solvents was controlled by titrations of the counter ions before and after impregnations.
The presented work has established a relationship between the affinity of ion exchange resin toward fixation of ions and the state of ions in solution. In fact, in the overall study, a conclusion can be made about separation of copper and hydrogen ions as a function of the time of fixation and the alkyl chain. Although, the amount of global fixation remains nearly the same between ions, the separation may be achieved when the time of fixation either in aqueous media or in alcoholic/ aqueous mixture media was controlled. Also, it is concluded that the time of impregnation of resin played a role in the fixation quantity. The hydrophobic aspects of a solvent characterized by the chain length of alkyl chain in alcohol solvent have been verified as an inhibitor effect, particularly towards more hydrated ions.

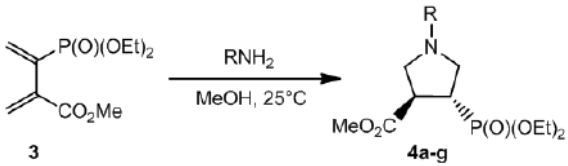
**Key words:** Impregnated resin, copper extraction, surface modification

# EFFICIENT SYNTHESIS OF SUBSTITUTED PYRROLIDINES FROM A NOVEL BUTA-1,3-DIENE

Maha Ameur and Hassen Amri[a]

[a]*Laboratory of Selective Organic Chemistry & Biological Activity, Faculty of Science, El Manar University, 2092 Tunis, Tunisia.*
E-mail: hassen.amri@fst.rnu.tn / maha.ameur@gmail.com

In continuation of our interest in the synthesis of multifunctional pyrrolidines, we report herein, an elegant and simple synthesis of methyl *N*-1-alkyl-4-(diethoxyphosphoryl)pyrrolidine-3-carboxylates **4**. In our approach, the construction of the nitrogen-containing heterocycle was based on an efficient coupling reaction of primary amines and methyl 3-(diethoxyphosphoryl)-2-methylenebut-3-enoate **3**, to provide the corresponding 3,4-difuctionalized pyrrolidines **4a-g** *via* a two-step sequence: nucleophilic conjugate addition of amine to the activated vinylic moiety leading to a β-aminophosphonate intermediate, which undergoes spontaneously an intramolecular cyclization through a *5-endo-trig* process [1].




**Scheme:** *tandem* conjugated addition-cyclization process for the synthesis of 3,4-difuctionalized pyrrolidines **4a-g**

**Key words:** pyrrolidine, 3,4-difunctionalized buta-1,3-diene.

## References

[1] Ameur, M.; Arfaoui, A.; Ben Kraïem, J.; Al-Deyab, S. S.; Amri, H. *Med. J. Chem*. **2012**, *6*, 282.

# DECOMPOSITION DE L'ETHANOL PAR COUPLAGE PLASMA NON THERMIQUE ET PHOTOCATALYSE

I. AOUADI[a*], S. BEN CHAABEN[a], A. MACIUCA[b], J-M. TATIBOUËT[b], L. BERGAOUI[a, c]

*[a)] LCMC Chemistry Department, Sciences Faculty of Tunis, Tunis El Manar University, Tunisia*
*[b)] Institut de Chimie des Milieux et Matériaux de Poitiers, UMR CNRS 7285, Université de Poitiers, Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs de Poitiers, France*
*[c)] Carthage University, National Institute of Applied Sciences and Technology, Department of Biological and Chemical Engineering, Tunis, Tunisia*
*E-mail: aouadi.imen1@gmail.com

Les composés organiques volatils (COVs) peuvent provoquer de sérieux dommages à l'environnement. Plus particulièrement, ceux confinés dans des milieux fermés provoquent des impacts directs sur la santé de l'homme. Des efforts considérables ont été alors déployés pour la dégradation de ces composés. L'un des procédés récemment développés pour le traitement de l'air est le plasma non thermique (PNT). En fait, la formation du plasma résulte d'un transfert d'énergie cinétique vers le gaz, grâce à un champ électrique intense qui permet d'accélérer fortement les espèces ionisées naturellement présentes dans le gaz et faciliter leur décomposition. Par contre, la présence d'ozone dans les effluents sortant des systèmes de traitement de l'air par plasma non thermique constituent le plus grand inconvénient de cette technologie. Dans ce cadre, plusieurs travaux ont souligné que $O_3$ se décompose très rapidement à température ambiante sur un catalyseur solide combiné avec le PNT. Ces catalyseurs solides peuvent être à base de charbon actif, de zéolithe ou d'oxyde de manganèse.

Dans le cadre de mon travail, du $Mn_3O_4$ a été préparé par différentes méthodes (précipitation ou méthode hydrothermale) et en présence de différents surfactants. Le but est l'obtention de nanoparticules de taille et de forme contrôlées. L'activité catalytique de ces oxydes de manganèse mélangés à l'oxyde de titane ($Mn_3O_4$/P25) a été testée dans la réaction de décomposition de l'éthanol en procédant : sous irradiation UV seul, sous PNT seule et en couplant l'irradiation UV et le PNT.

Les résultats obtenus montrent que la conversion observée en utilisant l'oxyde $Mn_3O_4$/P25 (où $Mn_3O_4$ est synthétisé par voie hydrothermale avec du bromure de cetyltrimethylammonium en tant qu'agent structurant) est supérieure à celle observée avec le P25 seul. Ceci peut être attribué à la plus forte décomposition de l'ozone sur la surface de l'oxyde de manganèse.

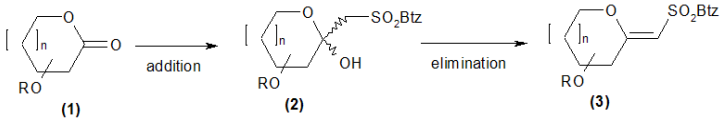
**Mots clés:** Plasma non thermique, photocatalyse, $Mn_3O_4$.

# Synthesis of semicyclic anomeric dienes derived carbohydrate by Julia olefination on vinyl sulfones

Kaïss Aouadi,[a,b] Bénédicte Defaut,[b] Peter G. Goekjian[b] and David Gueyrard[b]

[(a)] *Laboratoire de Synthèse Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivités, Faculté des Sciences de Monastir, Tunisie.*
[(b)] *ICBMS, UMR-CNRS 5246, Laboratoire de Chimie Organique 2 - Glycochimie, Université de Lyon,*
kaiss_aouadi@yahoo.com

As an extension to our investigations in this field of Julia olefination,[1] we now report the access to sugar containing dienes from anomeric vinyl sulfones. We recently reported the synthesis of C-glucosyl vinyl sulfones in two steps from sugar derived lactones and methylbenzothiazolyl sulfones through an addition – elimination sequence.[2]




**Key words**: Julia olefination, vinyl sulfones, dienes

## References

**[1]** (a) Gueyrard, D.; Haddoub, R.; Salem, A.; Said Bacar, N.; Goekjian, P.G. *Synlett* **2005**, 520. (b) Gueyrard, D.; Fontaine, P.; Goekjian, P.G. *Synthesis* **2006**, *2*, 1499.
**[2]** Aouadi, K.; Defaut, B.; Goekjian, P.G.; Gueyrard, D. *Synlett* **2007**, 2590.

# SYNTHESE DE NOUVEAUX DIALKYL 3-CYANOPROPYLPHOSPHATES, *VIA* UN REARANGEMENT DE TYPE PHOSPHA-BROOK

Iyadh AOUANI et Soufiane TOUIL

*Laboratoire de Chimie Organique des Hétéroéléments, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Jarzouna (Tunisie)*
aouani_iyadh@yahoo.fr / soufiane.touil@fsb.rnu.tn

Nous avons montré, dans un travail précédent, que les γ-cétonitriles **1** réagissent facilement avec les dialkylphosphites dans des conditions douces, c'est-à-dire à la température ambiante et sans solvant, en présence d'oxyde de magnésium en guise de support solide, pour conduire à des γ-cyano-α-hydroxyphosphonates[1] (Schéma 1).

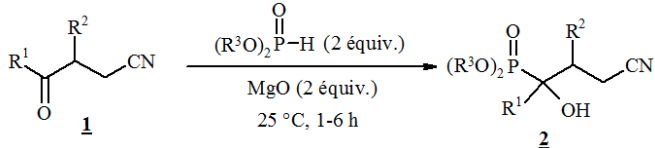



**Schéma 1**

Dans la même lignée, nous nous sommes intéressés dans le présent travail, à l'étude de la réactivité des γ-cétonitriles vis-à-vis des dialkylphosphites, dans des conditions thermiques. Notre objectif initial était l'accès à des phosphonodihydrofuranes de type **A**, non décrits dans la littérature. Contrairement à nos attentes, la réaction a pris un cours entièrement différent et a donné plutôt un nouveau type de phosphates organiques, les dialkyl 3-cyanopropylphosphates **3**, *via* un réarrangement de type phospha-Brook (Schéma 2).

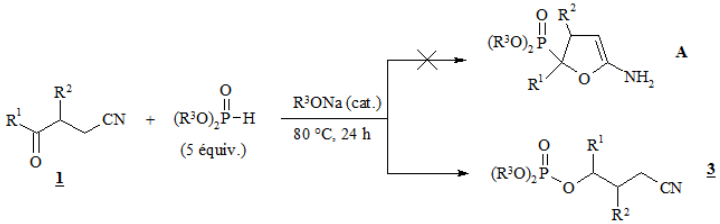



**Schéma 2**

**Mots clés:** Phosphate organique, réarrangement de phospha-Brook, γ-cétonitrile.

## Références

[1] I. Aouani, K. Lahbib, S. Touil, *Med.l Chem.*, **2014** (sous presse).

# ADSORPTION DE PLOMB PAR LES NANOTIGES DE L'OXYDE DE CUIVRE: ETUDE DE LA CINETIQUE ET D'EQUILIBRE D'ADSORPTION

Lobna Arfaoui, Hassouna Dhaouadi et Fathi Touati

*Laboratoire des Matériaux Utiles. INRAP Pôle technologique de Sidi Thabet-TUNISIE*

Les métaux lourds, ou éléments traces métalliques (ETM), existent naturellement en quantités très faibles dans les sols, l'eau et l'air mais certaines activités humaines, comme la combustion du pétrole et certains procédés industriels en rediffusent en grande quantité dans l'environnement. Ils sont très nocifs en grandes quantités. En effet, les métaux lourds s'accumulent dans les organismes vivants et engendrent des effets toxiques à court et à long terme. Certains, comme le cadmium, le chrome et le plomb, sont cancérigènes. L'élimination de ces métaux et en particulier le plomb dans les eaux est actuellement l'un des problèmes environnementaux les plus répandus. Une des méthodes la plus pratique pour éliminer le plomb est l'adsorption, connue comme étant une technique très efficace à faible coût. Le recours aux matériaux non onéreux et plus efficaces pour l'élimination du plomb dans l'eau est devenu un défi pour les chercheurs. En raison de leur surface spécifique élevée, les nanoparticules peuvent être considérées comme une alternative pour résoudre ce problème de pollution.

Dans ce cadre s'inscrit cette communication. Dans la première partie, nous allons présenter les différents résultats de la caractérisation de l'oxyde de cuivre nanométrique élaboré par voie hydrothermale. Ces matériaux constitués de nanotiges sont caractérisés par différentes méthodes: DRX, MEB, MET, IR et UV-visible. L'étude des propriétés sorptionnelles des nanotiges de CuO comme support adsorbant fait l'objet de la deuxième partie de cette communication. En effet, cette étude nous a permis de conclure que l'élimination du plomb en milieu aqueux par ce matériau est réalisable, où la quantité maximale du plomb fixée par gramme de CuO nanométrique est de 179 mg/g. La cinétique d'adsorption à la surface des nanotiges de CuO est de l'ordre 2 et l'isotherme d'adsorption obéit au modèle de Langmuir.

# Study on the structural and morphology properties of chemical bath deposition silver selenide thin films

Kawther Assili and Khaled Alouani

*University of Tunis El-Manar, Faculty of Science, Laboratory of Analytical Chemistry and Electrochemistry, Campus Universitaire de Tunis El-Manar 2092, Tunis, Tunisia.*
khaled.alouani@gmail.com

The recent discovery of large magnetoresistance (MR) has greatly enhanced the interest in silver selenide [1]. $Ag_2Se$ belongs to I-VI compound semiconductor materials with the optical band gap of ~1,2ev [2]. It has been used in IR detectors, photoconductors, photovoltaic cells, electrochemical potential memory devices… [3].

In this work, an imidoselenophosphinate ligand [Se-HMPT] has been synthesized and used as a precursor in chemical bath deposition. Its reaction with the material precursor $AgNO_3$ in basic medium gave a black adherent film of silver selenide ($Ag_2Se$).

In order to optimize the operating conditions, the influences of the concentration of precursors, deposition time and temperature on the properties of the layers have been investigated.

The as-obtained films are polycrystalline with orthorhombic structure, confirmed by X-ray diffraction. The scanning electron microscopy (SEM) shows the surface topography of the layers developed.

**Key words:** Thin films, imidoselenophosphinate ligand, $Ag_2Se$, CBD

# EVAPORATION DE LA SAUMURE TRIATEE DE CHOTT EL JERID. ETUDE COMPARATIVE ENTRE LES CHEMINEMENTS EXPERIMENTAL ET THEORIQUE

S. Attia-Essaies[1,2], L. Zayani[2], D. Ben Hassen-Chehimi[2], M. Trabelsi-Ayadi[2] et N. Kbir-Ariguib[2]

*1 Laboratoire de physico-chimie des Matériaux et leurs Applications, Centre National des recherches en Sciences des Matériaux, Technopole de BorjCédria, Tunisia.*
*2 Laboratoire d'Applications de la Chimie aux Ressources et Substances Naturelles et à l'Environnement. Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna*

L'étude de l'évaporation de la saumure de Chott El Jérid a montré que la présence du magnésium, qui ce concentre d'avantage au cours de l'évolution, présente un handicape pour la précipitation du maximum du potassium que ce soit sous forme de sels simples ou doubles. En effet, lors de l'évaporation de la saumure naturelle de Chott El Jérid, le troisième sel qui précipite est l'hydrate $MgSO_4.7H_2O$ au lieu du sel double $KClMgSO_4.3H_2O$ prévu d'après le cheminement théorique dans le diagramme quinaire représentatif d'une saumure à 25°C. Pour palier à cet effet, nous avons essayé d'éliminer totalement le magnésium de la saumure avant son évaporation.

Une étude préliminaire sur une solution de sulfate de magnésium, montre qu'il est possible d'éliminer totalement le magnésium par un traitement chimique en le précipitant sous forme de $MgNH_4PO_4.6H_2O$ [1] (struvite).

L'objectif de ce travail est de déterminer la séquence de cristallisation du filtrat de la saumure de Chott El Jérid traité lors de son évaporation à 25 ° C et sous pression atmosphérique.

Les sels qui précipitent et des solutions saturées en équilibres a été déterminée au fur et à mesure de l'évolution de la saumure au cours du temps. Les mesures de la densité et de la conductivité des solutions saturées ont permis de différencier les différentes étapes de l'évaporation.

Une analyse des résultats obtenus et une comparaison entre les séquences de cristallisation déterminées expérimentalement et calculées à partir du diagramme du système quaternaire réciproque $Na^+$, $K^+/Cl^-$, $SO_4^{2-}$-$H_2O$ représentatif de la saumure traitée, montrent une bonne cohérence entre les deux séquences.

**Key words:** saumure de Chott El Jérid, système quaternaire réciproque, cheminement

---

**References**

[1] J. A. Fernades-Lozano and A. Malini, 8th World Salt Simposium, Vol 1, 589-593 2000.

# Extraction of cork nanofillers. Development and caracterization of a biocomposite whose matrix is PHBV.

Mariem Ayadi, Ridha Ben Cheikh

*National engineering school of Tunis (ENIT)*

Polymer materials reinforced with synthetic fibres such as carbon fibres or glass fibres are widely used in various application fields such as the automotive, construction and aerospace industries.

Currently, oil polymers price increases sharply [1]. In addition, composite materials formed from such products generate dying tons of non degradable wastes which are difficult to recycle.

Composites elaborated with biopolymers reinforced by natural fibres can solve these problems of waste and provide some interesting properties such as biodegradability, lightness, rigidity... [2].

This work is devoted to the study of a vegetable fiber which is cork for the development of a lightweight thermoplastic biocomposite, having a lower cost and respecting the environment. The biocomposite is made with a matrix of PHBV and cork nanofibres extracted from the Tunisian suberais.

## REFERENCES AND NOTES

**1.** J. M. Berthelot, Matériaux composites: comportement mécanique et analyse des structures, 2005, 1-3.

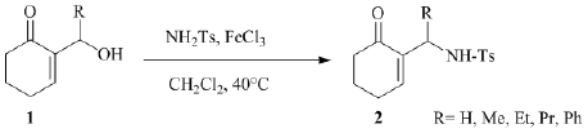
**2.** F. Ben Abdallah , R. Ben Cheikh ,M Baklouti , Characterization of composite materials based on PP-cork blends, journal of reinforced plastics and composites, 2006, 25, 1499-1500.

# Iron(III) chloride-catalysed direct nucleophilic *α*-substitution of Morita-Baylis-Hillman alcohols with sulfonamides

Marwa Ayadi[a,b], Farhat Rezgui[a] and Emmanuel Vrancken[b]

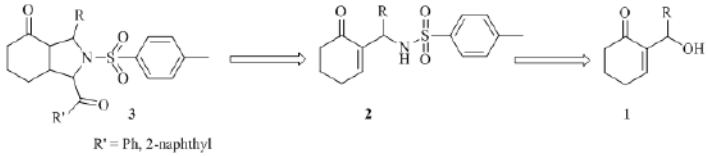
[a] *Laboratoire de Chimie Organique Structurale et Macromoléculaire, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis El Manar, Campus Universitaire - 2092, Tunis, Tunisie.*
[b] *Équipe Architectures Moléculaires et Matériaux Nanostructurés, Institut Charles Gerhardt, École Nationale Supérieure de Chimie de Montpellier, 8 Rue de l'École Normale – 34296, Montpellier, France.*

Nucleophilic substitution of Morita-Baylis-Hillman (MBH) adducts[1] has received an increasing amount of attention in recent years due to their versatility as building blocks in organic synthesis.[2]
Recently, iron-mediated substitutions of alcohols with a variety of nucleophiles, as the basis for efficient and selective C–X (X = C, N, O, S, halide) bonds formation, have been reported.[3]
Herein, we report the use of $FeCl_3$ for the direct *N*-substitution of cyclic MBH alcohols **1** with a primary sulfonamide (**Scheme 1**).




**Scheme 1**

The substituted cyclic aza-MBH compounds **2** were afforded in good to excellent yields (70-93%) with exclusive α-regioselectivity and without the need for inert and moisture-free conditions.
Finally, we disclosed a new synthetic route for the synthesis of polysubstituted pyrrolidines **3** derivatives[4] from the aza-MBH adducts **2** (**Scheme 2**).




**Scheme 2**

1. (a) Baylis, A. B.; Hillman, M. E. D. *German Patent* 2155113. **1972**. *Chem. Abst.* **1972**, *77*, 341749. (b) Drews, S. E.; Roos, G. H. P. *Tetrahedron* **1988**, *44*, 4653.
2. *(a)* Krishna, P. R.; Sachwani, R.; Reddy, P. S. *Synlett*, **2008**, 2897; *(b)* Basavaiah, D.; Rao, K. V.; Reddy, R. J. *Chem. Soc. Rev.*, **2007**, *36*, 1581.
3. (*a*) Huang, W.; Zheng, P.; Zhang,Z.; Liu, R.; Chen, Z.; Zhou, X. *J. Org. Chem.*, **2008**, *73*, 6845. (*b*) Babu, S.; Yasuda, M.; Tsukahara, Y.; Yamauchi, T.; Wada, Y.; Baba, A. *Synthesis*, **2008**, 1717.
4. Lee, H. S.; Kim, J. MI.; Kim, J. N. *Tetrahedron Lett*. **2007**, *48*, 4122.

# Elaboration and Electrochemical Characterization of $CeTi_2Cr_4Ni_5$ –based Metal Hydride Alloys

Marwa AYARI , Ouassim GHODHBANE, Mouhieddine ABDELLAOUI

*Institut National de Recherche et d'Analyse Physico-Chimique, Laboratoire des Matériaux Utiles, Pôle Technologique de Sidi Thabet, 2020 Sidi Thabet, Tunisia*

Research on Nickel-metal hydride (Ni/MH) batteries knows a significant growth due to their superior safety and endurance as hydrogen storage devices. The present work focuses on the elaboration of $CeTi_2Cr_4Ni_5$- based intermetallic compounds by mechanical alloying and their characterization as active materials of negative electrodes in nickel-metal hydride (NiMH) batteries. The effect of the milling duration on the phase composition, hydrogen absorption-desorption and electrochemical properties was investigated. The composite $LaTi_2Cr_4Ni_5$ was made by mechanical alloying (MA) following this reaction:

$$CeNi_5 + 2\ TiCr_2 \rightarrow CeTi_2Cr_4Ni_5$$

The phase-structural compositions of the phases were determined by X-ray diffraction and quantified from the Rietveld refinement data. The increase of the milling time up to 20h leads to the highest abundance of the $CeTi_2Cr_4Ni_5$ phase. The chronopotentiometry, cyclic voltammetry and chronoamperometry techniques were applied to characterize the electrochemical behavior of prepared $CeTi_2Cr_4Ni_5$ -based compounds. The average capacity retention was about 77% upon 30 charge/discharge cycles, indicating a high electrochemical stability in the alkaline solution. The values of the hydrogen diffusion coefficient after 5h and 20 h of milling durations are equal to $3.8 \times 10^{-10}$ and $9.6 \times 10^{-10}$ $cm^2/s$, respectively. These results confirm the good kinetic of the electrochemical reaction in these $CeTi_2Cr_4Ni_5$ -based compounds.

# MECHANICAL PROPERTIES OF ALLOY AA6063 PRIMARY AND SECONDARY FUSION AFTER EXTRUSION

Leila AYDI [a], Mohamed EL MEHTEDI[b], Chedly BRADAI[c], Mohamed KHLIF[d], Foued ELHALOUANI[e]

*National school of Engineers of Sfax, University of Sfax, BPW, 3036 Sfax, Tunisia*
*Università Politecnica delle Marche, via Brecce Bianche 60131 Ancona, Italy*
E-mail address: aidi.leila@yahoo.fr

Aluminum profiles-production by extrusion process from aluminum billets homogenizing and preheating. This work has been made to improve the mechanical properties strength of AA6063 aluminum alloy primary and secondary fusion and thus its lightness via combination of plastic deformation and heat treatment. Mechanical properties were examined in micro hardness and tensile test. The test specimens were divided into two and, some sets were quenched air and aged at 185°C for 6hours in longitudinal while the others sets were quenched air and aged at 185°C for 6hours in transverse orientation with respect to extrusion process for two types of AA6063 alloys primary and secondary fusion.

**Key words:** AA6063 aluminum alloy, extrusion billet, tests tensile, micro hardness.

# Contribution à l'étude de la précipitation mixte des sels peu solubles dans l'eau. Effet de la baryte sur la formation du gypse et da la calcite

AZAZA Hanen, DOGGAZ Amira, MECHI Lassaad,
TLILI Mouldi Mohamed et BEN AMOR Mohamed.

*Centre de Recherches et Des Technologies Des Eaux, Technopole de Borj Cedria*
e-mail : azaza.hanen@yahoo.fr

Dans l'industrie pétrolière, l'exploitation des fluides pétroliers s'accompagne de la formation de plusieurs précipités minéraux à base du sulfate du carbonate et du baryum. Dans ce travail nous avons étudié la précipitation, la co-précipitation et les différentes interactions que pourront avoir lieu entre le sulfate de baryum, le sulfate de calcium et le carbonate de calcium, constituants majeur des tartres couramment rencontrés dans les systèmes des eaux industrielles. En effet, on a montré qu'i existe un effet sur la cinétique et sur la morphologie de la phase solide formée.

**Mots clés :** Co-précipitation, sulfate de baryum, carbonate de calcium, sulfate de calcium.

# Synthesis of allyl sulfides from Morita-Baylis-Hillman Bromides

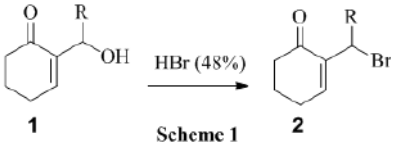
Narjes Baioui and Farhat Rezgui

*Laboratoire de Chimie Organique Structurale et Macromoléculaire*
*Université de Tunis El Manar, Faculté des Sciences de Tunis*

The importance of methodology for the introduction of a substituent at the α-position of six –membered α,β-unsaturated ketones is amply documented because of their utilization as starting materials in a large number of significant synthetic strategies.

The development of facile and practical synthetic strategies for the construction of carbon-carbon and carbon-heteroatom bonds is of great importance because such ring skeletons are present in numerous natural products with a range of biological interest.

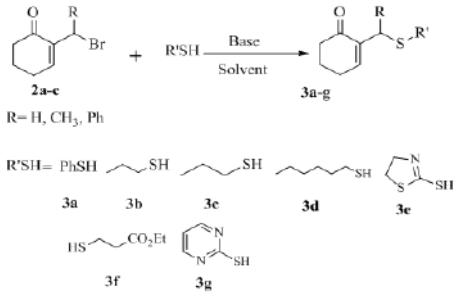
Over the past decades, the Morita-Baylis-Hillman (MBH) reaction has been the subject of numerous studies on this topic [1, 2] **(Scheme 1)**.




**Scheme 1**

Nucleophilic substitution is still a very attractive goal for the construction of carbon-sulfur bonds, especially in functionalized allylic compounds such as MBH adducts.

In the present work, a series of sulfur compounds was prepared from Baylis-Hillman bromide under soft experimental conditions **(Sheme 2)**.




**[1]** F. Rezgui ; M. M. El Gaied *Tetrahedron Lett.* **1998**, *39*, 5965.
R. Gatri ; M. M. El Gaied *Tetrahedron Lett.* **2002**, *43*, 7835.
**[2]** S. T. Handy ; D. Omune *Tetrahedron Lett.* **2007**, *63*, 1366.

# HOMOLOGATION DE LACTONE PAR L'OXYDE DE PHOSPHINE ET HYDROGENATION CONTINUE DE L'ETHER D'ENOL RESULTANT

Monaem Balti, Khaireddine Dridi, Mohamed Lotfi Efrit

*Laboratoire de Synthèse Organique et Hétérocyclique, département de chimie, Faculté des Sciences de Tunis, campus universitaire, 2092 El Manar, Tunis, Tunisie*

De nombreuses méthodes de synthèse d'éthers d'énol diversement substitués sont décrites dans la littérature [1]. La réaction des oxydes de phosphines avec un aldéhyde ou une cétone a été décrite pour la première fois en 1953 par Wittig et Geissler [2]. C'est le procédé d'oléfination des composés carbonylés la plus largement répandue. Pour accéder à des éthers d'énol, nous décrivons dans ce travail la synthèse de l'oxyde de phosphine **1** en premier lieu puis l'homologation de lactone par ce dernier ainsi que l'hydrogénation continue de l'éther d'énol résultant (Schéma 1).

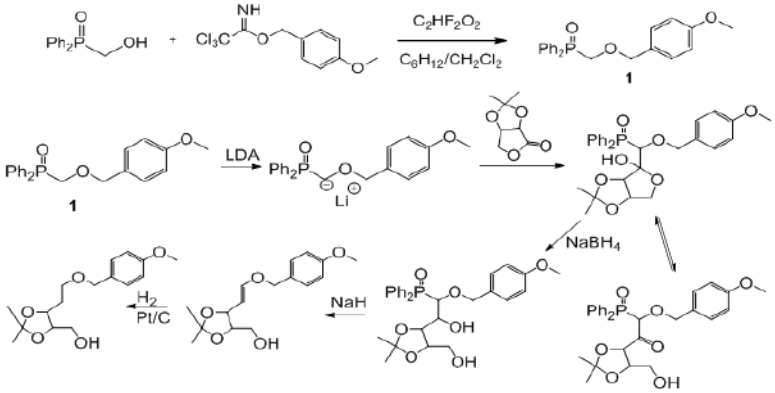



**Schéma 1**: Homologation de lactone par l'oxyde de phosphine

**Key words:** Oxyde de phosphine, Lactone, Ether d'énol

## Références

[1] Heathcock, C. H.; Trost, B. M.; Fleming, I. *Comprehensive Organic Synthesis: Selectivity, Strategy and Efficiency in Modern Organic Chemistry*; Pergamon: Oxford, **1991**; Vol. 2.

[2] G. Wittig, G. Geissler, *Liebigs Ann*. **1953**, 44–57.

# Caractérisation physico-chimique de dépôts de tartre des conduites d'eau d'un champ pétrolier de la Tunisie centrale

Sonia BARBOUCHI[a], Lotfi MONSER[b]

[a)] *ETAP*
[b)] *INSAT*

La production d'hydrocarbures s'accompagne généralement de la production d'une grande quantité d'eau saumâtre appelée eau de production ou eau de gisement. L'un des problèmes majeurs reliés à cette coproduction est l'entartrage des équipements de fonds et de surface des installations des champs pétroliers. Des coûts énormes sont prévus pour lutter contre ce phénomène, et le choix des moyens de luttes ou de prévention dépend entre autres de la composition des dépôts formés.

C'est dans ce contexte qu'on s'est intéressé à la caractérisation physicochimique des dépôts de tartre prélevés des conduites d'eau d'un champ pétrolier de la Tunisie centrale.

La détermination de la composition élémentaire de ces dépôts a été réalisée par ICP-AES. Cette analyse a nécessité une étape de prétraitement, qui au cours de ce travail, a consisté en une digestion par voie humide assistée par micro-onde.

L'optimisation de la méthode de digestion a été réalisée en variant les matrices de digestion, tout en fixant les paramètres physiques (puissance, température, durée…)

Les conditions de minéralisation optimales, ainsi déterminées, ont été par la suite adoptées pour le prétraitement des échantillons de dépôts formés.

Les résultats trouvés montrent une concordance entre les différentes techniques analytiques employées.

**Key words:** Entartrage, digestion, eau de production, ICP-AES.

## References

[1] J.Sastre, A.Sahuquillo, M.Vidal et G.Rauret, « Determination of Cd, Cu, Pb and Zn in environmental samples: Microwave-assisted total digestion versus aqua regia and nitric acid extraction", Anal.Chim.Acta. 462, (2002) 59.

[2] C.A.Franco, J.R.Solares, H.M.Almari, "Analysis of Deposition Mechanism of Mineral Scales Precipitating in the Sand Face and Production Strings of Gas Condensate Wells",J.Saud.Arab.Techno,(2009) 47-60.

# Nouvelle méthode de préparation et caractérisation des nanoparticules et tiges de ZnO

Haythem Barrak[a], Adel M'nif[a], Ahmed Hichem Hamzaoui[a]

*(a) Laboratoire de Valorisation des Matériaux Utiles*
*Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux;*
*Technopole Borj Cedria B.P.73–8027.Soliman. TUNISIE*

L'utilisation des oxydes semi conducteur dans le domaine des cellules photovoltaïque nécessite la fabrication des matériaux a haute pureté et avec des couts modérés. Généralement, les matériaux support utilisés sont les polymères conducteurs et le $SiO_2$.

Nos recherches ont pour but l'utilisation de l'oxyde de zinc (ZnO) connu pour ces propriétés physiques très intéressantes dans le domaine des cellules photovoltaïques.

Ce travail consiste à fabriquer et caractériser des nanoparticules de ZnO avec deux morphologies différentes. La synthèse de ce matériau a été réalisée par précipitation à faible température de traitement (60°C). A notre connaissance, l'obtention de ce matériau à cette température a été effectue pour la première fois. Ceci montre le faible coût de cette opération.

D'autre part, l'interaction entre le ZnO et le compose organique (3-aminopropyl)triethoxysilane APTES a été étudié en utilisant les techniques d'analyse suivantes : DRX, TEM, DLS, FTIR et XPS. Ces analyses montrent que cette interaction est chimique.

# PHOTOCATALYTIC DEGRADATION OF BISPHENOL A OVER ZNO AND CE-ZNO (2%) CATALYSTS UNDER UV IRRADIATION

Olfa Bechambi[a], Wahiba Najjar[a] and Sami Sayadi[b]

[a] *Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, 2092, Tunis, Tunisie*
[b] *Laboratoire de Bioprocédés Environnementaux, Centre de Biotechnologie de Sfax, B.P. 1177, 3018 Sfax, Tunisie*
e-mail: bechambi.olfa@gmail.com

The Bisphenol A (2,2-bis(4-hydroxyphenyl) propane, BPA) is one a kind of endocrine disruption substances. This compound is widely adopted in the production of epoxy resins and polycarbonate plastics, which are used in various foods and drink packaging applications, baby bottles and dental sealants. BPA can potentially interfere with the endocrine system of wildlife and human, increase the cancer rate, reduce immune function and impair reproduction. Its estrogenic action has been shown both in vitro and in vivo experiments. Over last few years, semiconductor photocatalysis shows importance due to its ability to destroy a wide range of organic and inorganic pollutant [1].

This work reports on the synthesis of undoped and Ce-doped ZnO catalysts by the hydrothermal method. The as-synthesized products were characterized by different techniques such as XRD, Nitrogen physisorption (77K), UV-Vis, FTIR, Raman and PL.

The 2% Ce-doped ZnO catalyst exhibited excellent photocatalytic performance for both bisphenol A degradation and mineralization. BPA photodegradation obeyed the first-order kinetics according to the Langmuir–Hinshelwood model; the kinetic constants were influenced by the catalyst concentration, the initial BPA concentration, $H_2O_2$ concentration and the solution pH. The possible photodegradation mechanism based on the identification of intermediate products was finally discussed.

**Key words:** Bisphenol A, Ce-doped ZnO, Photocatalysis, Photodegradation mechanism.

**References**

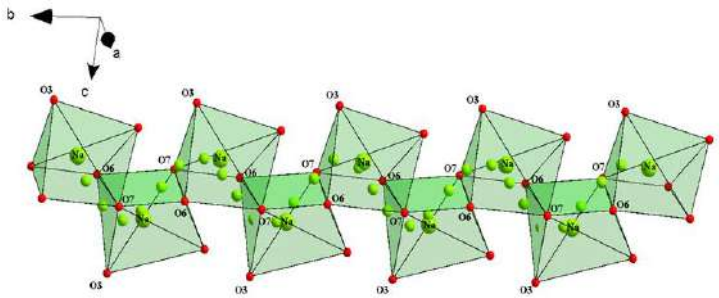
[1] S.M. Zimmers, E.P. Browne, P.W. O'Keefe, D.L. Anderton, L. Kramer,D.A. Reckhow, K.F. Arcaro, Chemosphere 104 (2014) 237–243.

# ETUDE DES PROPRIETES ELECTRIQUES DE DIPHOSPHATES $NaGdP_2O_7$, MODELISATION DES CHEMINS DE CONDUCTION DE CATION MONOVALENT $Na^+$

A. Béjaoui, M. Férid et K. Horchani-Naifer

*Laboratoire de Physico-chimie des matériaux Minéraux et leurs Applications, Centre National des Recherches en Sciences des Matériaux, BP No. 73, 8027 Soliman, Tunisie.*

Afin de comprendre les propriétés électriques des matériaux phosphates et de définir leurs paramètres physiques, l'étude structurale présente une idée primitive sur la propriété physique (conduction ionique). En effet, d'un matériau à un autre, la conductivité diffère aussi bien par la nature de l'espèce responsable de la conduction ($Na^+$, $Li^+$, etc…) que par le domaine de température d'utilisation et la dimensionnalité de la phase conductrice (tridimensionnelle, lamellaire, tunnel). L'étude des matériaux à faible conductivité ionique reste néanmoins intéressante pour élucider certains mécanismes de transport. En effet, ces composés présentent des propriétés électriques intéressantes liées à leurs structures. [1, 2,3] Dans ce travail nous rapportons, pour la première fois, une étude par spectroscopie d'impédance complexe sur le composé $NaGdP_2O_7$ afin de préciser la nature et le mode de la conduction. Pour ce diphosphate, les mesures ont été réalisées dans le domaine de température allant de 693 à 863 K d'où la valeur de l'énergie d'activation ($E_a$ = 1,21 eV). Le couplage de l'analyse structurale avec le modèle BVS pour ce diphosphate a permis de mieux interpréter les mesures de la conductivité ionique et de présenter une modélisation des chemins de conduction de cation monovalent $Na^+$. L'étude des données géométriques confirme les résultats expérimentaux (faible conducteur ionique) et estime une conduction ionique selon la direction des canaux par un mécanisme « Hopping ».




Chemins de conduction des cations monovalents $Na^+$selon la direction [010].

[1] K. Horchani-Naifer, M. Férid, *Solid State Ionics 176 (2005) 1949*.
[2] A. bejaoui, K. Horchani-Naifer, M. Férid, *Solid State Sciences 31 (2014) 46*.
[3] A. bejaoui, K. Horchani-Naifer, M. Férid, *Solid State Chemistry 204 (2013) 224*.

# Dégradation électrochimique du Métronidazole sur une anode en diamant dopé au bore

Hafedh Belhadj Ammar, Mabrouk Ben Brahim, Ridha Abdelhédi, Youssef Samet

*Laboratoire d'Electrochimie et Environnement à l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax*

Les antibiotiques représentent une classe importante de polluants de l'eau en raison de leur grande variété, une consommation élevée et la persistance dans l'environnement. La présence de faibles concentrations de composés d'antibiotiques et de leurs produits de transformation a été détectée dans les eaux usées traitées, montrant clairement que certains produits antibiotiques ne peuvent pas être éliminés lors du traitement des eaux usées.

Les méthodes électrochimiques sont des alternatives très prometteuses pour la dégradation des matières organiques. Ils sont utiles pour leur compatibilité avec l'environnement, la polyvalence, la simplicité. L'oxydation anodique est l'une des technologies électrochimiques les plus encourageantes pour le traitement des eaux à faible teneur en polluants organiques.

Des expériences ont été effectuées pour étudier la cinétique de la dégradation électrochimique de solutions aqueuses contenant du métronidazole (MTZ) comme composés modèles de médicament. Le processus a été étudié dans le mode de polarisation galvanostatique utilisant le diamant dopé au bore comme anode (DDB). La mesure de la demande chimique en oxygène (DCO) pendant le traitement a permis l'évaluation de la cinétique de décomposition de la matière organique et le rendement en courant instantané. Les résultats ont montré que la dégradation de MTZ dépend de sa concentration, le pH, la température et la densité de courant. La cinétique de la décroissance de la DCO suit un cinétique de pseudo-premier ordre et le processus est sous contrôle de transport de masse dans le domaine étudié, quelles que soient les conditions expérimentales. Les meilleures conditions obtenues pour l'élimination de MTZ sur l'anode de BDD (pH=3, $j$=100 mA $cm^{-2}$ et T=60 ° C) ont aboutit à éliminer 88% de DCO après 90 minutes.

**Mots clés:** dégradation électrochimique; métronidazole; diamant dopé au bore;

# Distribution, Characterization and source identification of hydrocarbons in water samples using multiple analytical techniques. Case study of near-surface groundwater of Sousse City.

BELHAJ Mohamed. A[a], Saidi. M[b], Bouazizi. I[b], Ben Jrad. M[c] ,Mahmoudi. S[c]

[a)] *ETAP (a)*
[b)] *ETAP (b)*
[c)] *Faculté des Sciences de Tunis (c)*

This paper describes a case study in which multiple analytical techniques were used to identify and characterize trace petroleum-related hydrocarbons and other volatile organic compounds in groundwater samples collected from Sousse aquifer (macro oil and gas seeps near-surface groundwater, 0-100 m). The analytical techniques used for analyses of water samples included gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS), capillary GC with flame-ionization detection, Compund Specific Isotope Analysis, Rock Eval Pyrolysis... The objective of the study was to confirm the presence of gasoline and other petroleum products or other volatile organic pollutants in those samples in order to assess the respective implication of each of the potentially responsible parties to the contamination of the aquifer. In addition, the degree of contamination at different depths in the aquifer was also of interest. The oil and gas seeps have been investigated using biomarker and stable carbon isotope analyses to perform oil-oil and oil-source rock correlations. The seepage gases are characterized by high CH4 content, very low $\delta 13C_C$ values (-71,9 ‰) and high C1/C1–5 ratios (0.95–1.0), light deuterium–hydrogen isotope ratios (-198 ‰) and light $\delta 13C_{C2}$ and $\delta 13C_{CO2}$ values (-23,8‰ and-23,8‰ respectively) indicating a thermogenic origin without the contribution of the biogenic gas. An organic geochemistry study was carried out on the more ten oil seep samples. This study includes light hydrocarbon and biomarkers analyses (hopanes, steranes, n-alkanes, acyclic isoprenoids, and aromatic steroids) using GC and GC-MS. The studied samples show at least two distinct families, suggesting two different types of crude oil origins: the first oil seeps appears to be highly mature, showing evidence of chemical and/or biological degradation and was derived from a clay-rich source rock deposited in suboxic conditions. It has been sourced mainly by the lower Fahdene (Albian) source rocks. The second oil seeps was derived from a carbonate-rich source rock deposited in anoxic conditions, well correlated with the Bahloul (Cenomanian-Turonian) source rock.

**Key words:** Biomarkers, GC, GC/MS, Isotope, Rock Eval, contamination, organic, geochemistry, oil, gas, seeps, Hydrocarbon, source rock, Sousse

## References

[1] **A. Belhaj Mohamed, M. Saidi, I. Bouazizi., 2014**. Migration Pathway Evaluation through Analysis of Hydrocarbon Seeps in the Pelagian basin, Sahel of Tunisia. 76th EAGE Conference & Exhibition 2014 Amsterdam RAI, The Netherlands, 16-19 June 2014

[2] **Abrams, M.A., 2005**. Significance of hydrocarbon seepage relative to petroleum generation and entrapment. Marine and Petroleum Geology 22, 457–477.

[3] **Link, W.K., 1952**. Significance of oil and gas seeps in world oil exploration. American Association of Petroleum Geologists Bulletin 36, 1505–1540.

[4] **Jones, V.T., Drozd, R.J., 1983**. Predictions of oil or gas potential by near-surface geochemistry. American Association of Petroleum Geologists Bulletin 67, 932–952.

[5] **Etiope, G., Feyzullayev, A., Baciu, C.L., 2009a**. Terrestrial methane seeps and mud volcanoes:a global perspective of gas origin. Marine and Petroleum Geology 26, 333–344.

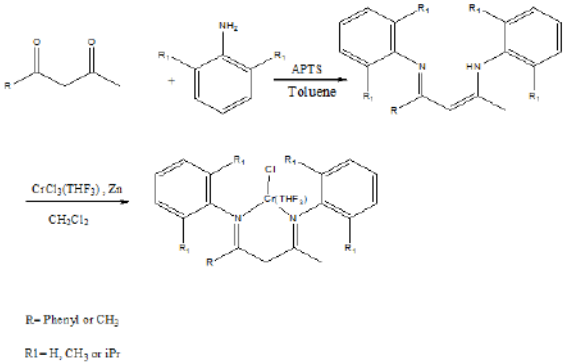
[6] **Schoell, M., 1980**. The hydrogen and carbon isotopic composition of methane from natural gases of various origins. Geochimica et Cosmochimica Acta 44, 649–662.

# Complexes of chromium with beta-diimine ligands

Belkhiria Marwa[a], Ali Mechria[b], Moncef Msaddek[c]

*Laboratoire de Synthèse Hétérocyclique et Substances Naturelles, Département de Chimie Faculté des Sciences, 5000Monastir, Tunisie*

The Present work describes the synthesis and spectral characterization of β-diimine Ligands[1] and chromium complexes[2]. The Ligands have been prepared by condensing diketone with primary aromatic amines. The Ligands and complexes were characterized by IR and RMN spectroscopy.




**Key words:** Chromium, ligands, complexe, diimine.

## References

[1] Kamel Landolsi; Najoua Belhadj: Mbarek Elmkacher ; Taha Guerfel; Faouzi Bouachir. *C. R. Chimie* **2008**, 11, 752-758.

[2] Leeasubcharoen, S.; Lam, K.-C.; Concolino, T.E.; Rheingold, A.L.; Theopold, K.H., *Organometallics*, **2001**, *20*, 182.

# Etude de l'oxydation électrochimique de l'imidaclopride par électrolyses préparatives sur une anode en dioxyde de plomb

Mabrouk Ben Brahim, Hafedh Belhadj Ammar, Ridha Abdelhédi, Youssef Samet

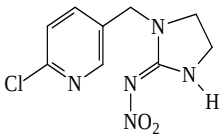
*L.R. Electrochimie et Environnement, Département de Génie des matériaux, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax, Université de Sfax, Route de Sokra, Km 3.5, Sfax, B.P. 1173, 3038 Sfax, Tunisie*

L'utilisation des pesticides a permis d'améliorer le rendement et la diversité des cultures afin de satisfaire la demande nutritionnelle liée à l'accroissement de la population mondiale. Cependant, cette utilisation a également provoqué des effets indirects et néfastes sur l'environnement. Ainsi des études ont montré la présence de résidus de pesticides dans les aliments ainsi que la contamination des eaux souterraines et superficielles.

Parmi ces pesticides l'Imidaclopride (IMD) est l'un des insecticides les plus utilisés dans le sol, les graines et les plantes pour lutter contre les insectes suceurs. Il est très soluble dans l'eau, avec une solubilité de 0,51 à 0,61 g $L^{-1}$ à 20 °C. Il est détecté le plus souvent dans les eaux de ruissellement des terres agricoles. Par conséquent, à cause de sa grande persistance dans l'eau et l'environnement, différents procédés de traitement ont été utilisés pour l'élimination de l'IMD dans les eaux usées telles que, le procédé photo-Fenton, électro-Fenton, oxydation photocatalytique, et ozonation.

Dans le présent travail, nous avons réalisé des électrolyses préparatives de solutions aqueuses contenant l'IMD sur une anode en dioxyde de plomb déposé sur des plaques de tantale ($Ta/PbO_2$) préalablement prétraitées en fonction de différents paramètres expérimentaux tels que la concentration initiale de l'IMD, la densité du courant le pH et la température.

L'ensemble des résultats obtenus ont montré que la cinétique de dégradation de l'IMD est de pseudo-premier ordre par rapport à la DCO. La vitesse de dégradation de l'IMD augmente avec la densité du courant appliqué et la température, alors qu'elle diminue quand la concentration initiale de l'IMD et le pH de la solution augmentent. La valeur de l'énergie d'activation de la réaction d'oxydation de l'IMD, déterminée à partir de la pente de la droite $\ln k_{app} = f(1/T)$, est égale à 33 kJ/mol.




Imidaclopride

**Mots clés:** Imidaclopride, Dioxyde de plomb, Electrolyse Galvanostatique.

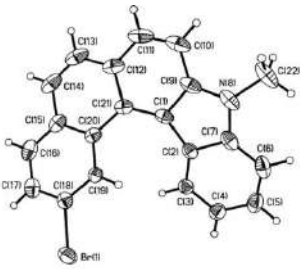
# SYNTHESE DE NOUVEAUX AZAHELICENES ET ETUDE DE LEURS PROPRIETES OPTOELECTRONIQUES

Mourad Ben Braiek[a], Faouzi Aloui[a], Moncef Tounsi[b], Souad Moussa[a] et Bechir Ben Hassine[a]

*[a)]Laboratoire de Synthèse Organique Asymétrique et Catalyse Homogène (01UR1201), Faculté des Sciences de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019 Monastir-Tunisie.*
*[b)]Laboratoire des Interfaces et des Matériaux Avancés (LIMA), Faculté des Sciences, Avenue de l'environnement, 5019 Monastir, Tunisie*
*e*-mail: mourad.benbraiek@gmail.com

Les composés hélicéniques ont suscité un intérêt considérable grâce à leurs structures conjuguées chirales qui leur offrent des propriétés optiques [1] et électroniques [2] fascinantes et trouvent des applications aussi dans le domaine de la chimie médicinale.[3]

Nous avons réalisé la synthèse de nouveaux azahélicènes à base du carbazole *via* une approche impliquant la réaction de couplage de Mizoroki-Heck, suivie d'une photocyclisation oxydante.[4] La caractérisation par spectroscopie UV-visible et voltammétrie cyclique des films de ces hélicènes montre que leurs gaps sont inférieurs à 3 eV ; ceci permet de classer ces matériaux comme étant des semi-conducteurs organiques. Ces matériaux sont photoluminescents et présentent une émission dans le bleu.




## References

[1] T. J. Katz, Angew. Chem., 2000, 112, 1997-1999; *Angew. Chem. Int. Ed*., **2000**, *39*, 1921.
[2] S. Grimme, L. Harren, A. Sobanski, F. Vögtle, *Eur. J. Org. Chem.*, **1998**, 1491.
[3] a) S. Honzawa, H. Okubo, S. Anzai, M. Yamaguchi, K. Tsumoto, I. Kumagai, *Bioorg. Med. Chem.*, **2002**, *10*, 3113; b) Y. Xu, X. Y. Zhang, H. Sugiyama, T. Osuga, K. Tanaka, *J. Am. Chem. Soc*., **2004**, *126*, 6566.
[4] (a) Ben Braiek, M.; Aloui, F.; Ben Hassine, B. *Tetrahedron Lett*. **2013**, *54*, 424–426; (b) Ben Braiek, M.; Aloui, F.; Moussa, S.; Tounsi, M.; Marrot, J.; Ben Hassine, B. *Tetrahedron Lett.* **2013**, *54*, 5421.

# EXTRACTION OF CELLULOSE NANOFIBERS FROM THE ALFA AND THE ELABORATION AND CHARACTERIZATION OF A PHBV / NFC BIOCOMPOSITE.

Salma Ben Cheikh, Ridha Ben Cheikh

*a)University of Tunis El Manar, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tunis, LAMOED*

The Alfa is the arab name of the esparto grass or stippa tenacissima plant, widely cultivated in the dry region of north Africa and especially in the center of Tunisia, the Alfa stem is built of strong, stiff and light cellulosic fibers which are mostly used in the production of high quality papers, dielectric applications for condensers and composites[1].

This work is devoted to the study of a vegetable fiber for the development of a lightweight thermoplastic biocomposite, having a lower cost and respecting the environment [2]. The biocomposite is made with a matrix of PHBV and Alfa nanofibers.

We approach in this work the study and the characterization of Alfa fibres before and after its basic and acid treatment. The techniques used for this characterization are the electronic scanning microscopy (SEM) and Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). The Thermal parameters of PHBV/Alfa biocomposite were determined by differential scanning calorimetry (DSC).

**Key words :** biocomposite, PHBV, Alfa, nanofiber, cellulose.

**References and notes**

[1]S. B. Brahim, R. B. Cheikh, Influence of fiber orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa/Polyester composite, Composites Science and Technology 67,1401–47, (2007).

[2] D. S. Bavan , G. C. M. Kumar, Potential use of natural fiber composite materials in India, Journal of Reinforced Plastics and Composites ,29(24), 3600–3613, (2010).

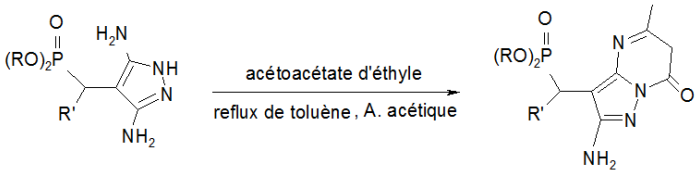
# Synthèse et étude de l'activité biologique de nouvelles pyrazolopyrimidinones

Lilia Ben Gaied [a], Ons Toumia[b], Rim Chaouechi[b], Amer Cherif[b] et Mohamed Lotfi Efrit[a]

*[a)] Département de chimie, Faculté des sciences de Tunis, Laboratoire de synthèse organique et hétérocyclique. b) Institut supérieur de biotechnologie de Sidi Thabet, Laboratoire de Biotechnologie et Valorisation des Bio-Géo Ressources.*

En raison des intérêts multiples des pyrazolopyrimidines dans le domaine biologiques : anti-inflammatoire [1], antifongique [2], antimicrobien [3], nous nous sommes intéressés dans ce travail à la synthèse d'une nouvelle famille de pyrazolopyrimidinones **2** à partir des phosphonopyrazoles [4] **1** et ce par deux méthodes : méthode de synthèse classique « synthèse par reflux » et la synthèse par « micro-onde ». Le suivi du mécanisme de la réaction a été assuré par chromatographie (CCM et HPLC).

Parallèlement, il été confirmé que cette nouvelle famille de pyrazolopyrimidinones montre un pouvoir antibactérien et antifongique contre certaines souches.




**Références**

[1] Quintela, J. M. ;Peinadora, C. Bioorg. Med.Chem. **2003**, *11*,863.

[2] Wang, H. Q. ; Zhou, W. ; Wang, Y.; Lin, C. J. Agric. Food Chem. **2008**, *56*, 7321.

[3] Holla, B. S.; Manjathuru, M.; Karthikeyan, M. S.; Akberali, P. M.; Shetty, S. Bioorg, Med. Chem. **2006**, *14*, 2040.

[4] L. Ben Gaied et H. Zantour; Phosphorus, Sulfur, Silicon and the Related Elements, **2000**, *165*, 17.

# APPLICATION OF CHITOSAN FOR REMOVAL OF ANIONIC DYES FROM AQUEOUS SOLUTIONS BY ULTRAFILTRATION PROCESSES

Sofiane Ben Hamouda, Anouar Ben Fradj*, Ridha Lafi, Amor Hafiane.

*Laboratory of Wastewater Treatment, CERTE, BP 273, Soliman 8020, Tunisia*
** Corresponding author. Tel.: +216 79 325 750; fax: +216 79 325 802.*
E-mail address: anouar_benfradj@yahoo.fr

A basic investigation on the removal of anionic dyes from aqueous solution by chitosan (CHI) was conducted in a batch ultrafiltration system. Anionic dyes removal from aqueous solutions by polyelectrolyte enhanced ultrafiltration (PEUF) process was investigated using chitosan with an average molecular weight of 117 kDa. The ultrafiltration studies were carried out using a frontal cell system equipped with 10 KDa MWCO regenerated cellulose. The influence of different experimental parameters such as chitosan and sodium chloride concentrations, transmenbrane pressure and pH of solution on retention rate and permate flux has been studied. The results indicate that the retention of dye without using chitosan is only 10 % and 34 % for methyl orange (MO) and bleu bromophenol (BBP) respectively. However, the retention rate increases up to 95 % and 99% for MO and BBP, respectively using chitosan. Permeate flux depended slightly on CHI concentrations. The retention of anionic dyes decreases with salt concentration and pH of solution.

**Keywords**: Chitosan, anionic dyes, ultrafiltration, polyelectrolyte complex, Rejection coefficient.

# Elaboration and characterization of PVDF-Cellulose Composite membranes: application to dye removal by Ultrafiltration

Sofiane Ben Hamouda, Yosra Gouider and Amor Hafiane

*Laboratoire de traitement des eaux usées, CERTE BP 273 Soliman 8020.*
E-mail : sofianebenhamouda@yahoo.fr.

The synthesis of PVDF and PEBAX membranes is of a great industrial interest due to their application in gas permeation. These membranes are elaborated by two different methods: solvent evaporation for membranes based on PEBAX and coagulation by immersion for PVDF membranes. The characterization of these membranes has enabled us to determine the thermal properties through differential scanning calorimetry. Through contact angle, their hydrophobicities were determined showing the influence of the solvent nature. For the enhancement, we have considered an application by ultrafiltration using PVDF-cellulose membrane to remove methylene blue dye, the percentage retention of 27% is obtained for a transmembrane pressure of 0.8 bar. The obtained permeate flow is 83.3 Lm-2.h-1 in the case of pure water which is comparable to the flow obtained by industrial membranes of regenerated cellulose.

**Keywords**: PVDF, cellulose, ultrafiltration process, dye removal.

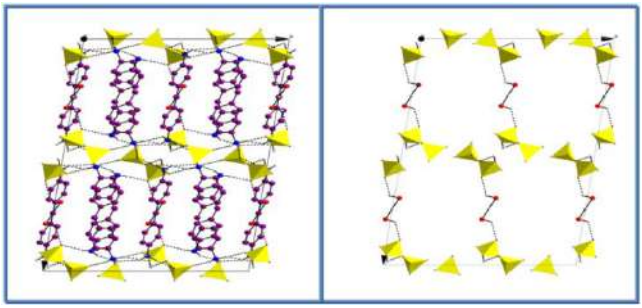
# STRUCTURE CRISTALLINE ET CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE D'UN NOUVEAU SULFATE A CATION ORGANIQUE $(C_{13}H_{16}N_2)_{1,5}HSO_4SO_4{\cdot}H_{1,5}O$

Takoua Ben Issa, Sabrine Sebri, Latifa BenHamada

*Laboratoire d'Energie et de Matériaux (LabEM-LR11ES34), Sousse University, Tunisia*
*Ecole Supérieure des Sciences et de la Technologie,*
*Rue Lamine Abbassi, 4011, Hammam Sousse-Tunisia.*
*Tél +21673370711-Fax+21673370710*

le 4,4'-diamoniumdiphénylméthane monohydrogénosulfate sulfate monohydrate, a été obtenue par l'interaction de l'acide sulfurique ($H_2SO_4$) avec la molécule organique($C_{13}H_{14}N_2$) ; nous avons ainsi isolé sous forme monocristalline le nouveau composé : $(C_{13}H_{16}N_2)_{1,5}HSO_4SO_4{\cdot}H_{1,5}O$.

- La diffraction des rayons X nous a permis de déterminer les paramètres de la maille et le groupe d'espace. L'étude structurale nous a aidés à décrire les différents arrangements atomiques dans l'espace. Nous avons constaté que les entités anioniques $SO_4^{2-}$ et $HSO_4^-$ sont rassemblées par des liaisons hydrogènes fortes inter anioniques donnant naissance aux clusters $[HS_2O_8]^{3-}$; de même chaque deux clusters sont liés via des liaisons hydrogènes du même type O–H···O, par deux molécules d'eau qui se partagent un atomes d'hydrogène situé sur une position spéciale. Des liaisons hydrogène émanant des groupements $NH_3$ des divers cations organiques, plus faibles, connectent les groupements anioniques $[HS_2O_8{\cdot}H_{1,5}O]^{3-}$ pour conduire à un réseau tridimensionnel.
- L'étude thermique renseigne sur la stabilité de l'édifice cristallin qui fond vers la température de 200°C. Ainsi la fusion, l'élimination des molécules d'eau, d'ammoniac et la dégradation se font dans un intervalle de température [185 - 300 °C].
- L'investigation par spectroscopie IR, appuyée par une analyse à l'aide de la théorie des groupes, permet le dénombrement et l'attribution des fréquences caractéristiques du composé étudié



Projection de la structure de selon la direction $\vec{b}$. Projection de la charpente minérale sur plan(010).

# Use of biomarkers to characterize BouDabbousFormation in thrust belt zones, Northern Tunisia

Monia Ben Jrad[a,b], Anis Belhaj Mohamed[b], Moncef Saidi[b], Sami Riahi[a], Mohamed Soussi[a], Ibrahim Bouazizi[b].

[a]*Faculté des sciences de Tunis- Campus Universitaire 2092Tunis, Tunisie.*
[b]*Entreprise Tunisienne d'Activités Pétrolières- 54, Av. Med V, Tunis-Tunisia.*

The generative potential, depositional environment, thermal maturity and oil seeps of the Boudabbous organic-rich rock (Ypresian) from the thrust belt northwestern Tunisia, were determined by Rock Eval and molecular analyses. The paleo-tectonic units in the area show some similarities with equivalent facies in Mediterranean and sicilian sea.

The BouDabbous Formation displays variable source rock characteristics related to various units Tellian and Numidiannappes Units[1]. Organic matter contents and petroleum potentials are fair to high 0.15 and reaching 1.95% and 6 kg of HC/t of rock marine type II kerogen. An increasing SE-NW maturity gradient is well documented in literature. The BouDabbous organic-rich facies are in a marginally mature stage in the Tellian Unit (Kasseb domain), whilst they are in a mature-late mature stage within Nefza-AinAllega tectonic windows. A long and through the north of Cap Serrat-Ghardimaou master fault these facies are over mature. However, the BouDabbous formation establish the maturity levels of the sources rocks in the area. Oil/Oil and Oil/source rock correlation, based on biomarker and carbon isotopic composition, shows a positive genetic correlation between the oil seeps and BouDabbous source rock.

**Key word:** Biomarkers - BouDabbous Formation - Northern Tunisia, GC-MS.

**1- Rouvier, H. (1985)** Géologie de l'Extrême Nord Tunisien : tectonique et paléogéographie superposée à l'extrémité orientale de la chaine Nord Maghrébine. Ann. Mines et de la Géologie. N°29 Tunis 427p.

# NOVEL HYBRID MEMBRANE OF SUBSTITUED POLYSILOXANES BY N-FUNCTIONALIZED CYCLAM FOR $Fe^{3+}$ ISFET SENSOR

Wahid Ben Mefteh[a,b], Hassen Touzi[c], Yves Chevalier[d], Rafik Kalfat[a], Nicole Jaffrezic Renault[b].

[a]*Laboratoire Méthodes et Techniques d'Analyse, Institut National de Recherche et d'Analyse Physico-chimique, BiotechPole Sidi-Thabet, 2020 Ariana, Tunisia*
[b]*Institut des Sciences Analytiques, UMR CNRS 5180, UCBL Lyon 1, 43 bd 11*
[c]*Laboratoire des Interfaces et Matériaux Avancés, LIMA, Faculté des Sciences de Monastir, Université de Monastir, 5019 Monastir, Tunisia.*
[d]*Laboratoire d'Automatique et de Génie des Procédés, LAGEP, UMR 5007 CNRS- UCBL Lyon 1, 43 Boulevard 11 Novembre 1918, 69622 Villeurbanne, France.*
wahid_meftah@yahoo.com

The synthesis and properties of new silicone-based functional materials with attached Cyclam macrocycles have been assessed with regards to their application as ion-sensitive membranes of chemical sensors. The preparation process of the thin films of sensitive materials has been designed such that every chemical compounds were attached by means of chemical bonds: the macrocyclic ionophore was chemically bound to the silicone polymer and the polymer materials was attached to the sensitive surface of the electrochemical devices by means of chemical grafting. The properties of such materials have been evaluated for the detection and analysis of iron(III) species in water using Ion-Sensitive Field-Effect Transistor (ISFET) and Electrolyte-Insulator-Semiconductor (EIS) structures, both prepared by coating using the synthesized functional polymer. Two types of Cyclam derivatives and two types of synthesis processes have been compared with that respect. The first material,"PDMS-Cyclam" was prepared by grafting N-10-undecenyl-cyclam to poly(methylhydrosiloxane) (PMHS). The Cyclam ionophore of the second material "PDMS-Naphthyl-Cyclam" bearing a naphthyl pendent group has enhanced the sensitivity towards $Fe^{3+}$ ions.

**Keywords:** Cyclam; Polymethylhydrosiloxane; Hydrosilylation; Iron(III); ISFET device.

# Effet de la troncature sur l'angle d'acceptance d'un système de concentration d'un chauffe-eau solaire à stockage intégré

Raouf BENREJEB, Béchir CHAOUACHI

*Unité de recherche: Environnement, Catalyse et Analyse des Procédés,*
*Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gabes, Université de Gabes,*
*Avenue Omar Ibn Khettab , 6029 Gabes, Tunisie*
E-mail: raouf_rjb@yahoo.fr / bechir.chaouachi@enig.rnu.tn

Ce travail porte sur l'étude de la variation de l'angle d'acceptance en fonction du niveau de la troncature d'un système de concentration de rayonnement solaire d'un chauffe–eau à stockage intégré dans l'objectif d'obtenir un angle d'acceptance suffisamment grand. Ceci se traduit par une durée de chauffage plus longue, une augmentation rapide de la température de l'eau et une amélioration des performances thermiques du système.

Etant donné que notre système de concentration est formé par des arcs de cercles à sa partie inférieure et deux branches paraboliques situées à sa partie supérieure présentant une grande taille, dans le cas d'une conception non tronquée, et nécessite ainsi un espace important pour son installation. Ces deux longues branches constituent un obstacle au passage de rayonnement solaire et sont responsables de l'effet d'ombre résultant. De ce fait le rayonnement solaire peut atteindre l'absorbeur et la partie inférieure du concentrateur pour les faibles angles d'acceptance seulement ce qui se traduit par une durée de chauffage limitée. Pour surmonter ce problème, on fait recours à une conception tronquée afin de diminuer la taille du système et son cout tout en améliorant ses performances thermiques par l'augmentation de son angle d'acceptance.

**Mots clés:** Rayonnement solaire ; Angle d'acceptance ; Troncature ; Système de concentration; Performance thermique.

# SYNTHESIS, CRYSTAL STRUCTURE AND CHARACTERIZATION OF A NEW ORGANIC-INORGANIC HYBRID 1,4-DIAZONIABICYCLO[2.2.2]OCTANE TETRACHLORIDOCADMATE(II) MONOHYDRATE

Tarek Ben Rhaiem & Habib Boughzala

*Laboratoire de Matériaux et Cristallochimie, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis El Manar, 2092 Manar II Tunis, Tunisia*

The title compound $(C_6H_{14}N_2)$ $[CdCl_4]\cdot H_2O$ [1] was obtained by the reaction of cadmium iodide $CdI_2$ with DABCO (1,4-diazabicyclo[2.2.2]octane) in aqueous hydrochloric acid solution. It crystallizes in the orthorhombic system ($P2_12_12_1$) with the following unit cell dimensions: $a$ = 8.528 (5) Å; $b$ = 11.653 (2) Å; $c$ = 13.114 (6) Å and $V$ = 1303.2 (10) $Å^3$.

The asymmetric unit of the title compound contained one $dabcoH_2$ dication, a tetrahedral $CdCl_4^{2-}$ anion and a lattice water molecule. The new chloridocadmate(II) compound, $(C_6H_{14}N_2)$ $[CdCl_4]\cdot H_2O$, is self-assembled into alternating organic and inorganic layered structure. The organic part is made up of $dabcoH_2$ dications and water molecules. The inorganic component contains isolated $[CdCl_4]^{2-}$ units. The layers are stacked along the $c$ axis.

This compound has been characterized by IR vibrational spectroscopy. The semi-empirical PM3 (Parameterized Model number 3) treatment used by "CAChe" program allow the IR vibrational frequencies calculations. The observed crystal morphology was compared to the simulated one obtained by the Bravais-Friedel, Donnay-Harker model.

**Key words:** Organic–inorganic hybrid material; Chloridocadmates(II); Single-crystal X-ray study; Infrared spectroscopy; Crystal morphology.

**References**

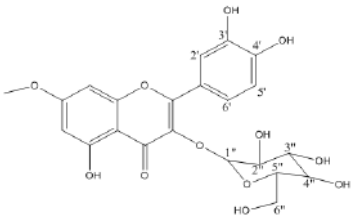
[1] Ben Rhaiem, T. & Boughzala, H. (2014). *Acta Cryst.* E**70**, m178.

# ISOLEMENT ET ELUCIDATION STRUCTURALE DE FLAVONOIDES ANTIOXYDANTS DE LA PLANTE *DIPLOTAXIS ERUCOIDES*

Nizar BEN SALAH [a], Corinne SANGLAR [b], Sophie CHENAVAS [b], Aurelie FILDIER, Hervé CASABIANCA [b], Audrey BULETE [b],Nabiha BOUZOUITA [a, c]

*a-Laboratoire de Chimie Organique et Structurale : Synthèse Chimique et Analyse Physico-chimique, Faculté des Sciences de Tunis, 2092 El-Manar, Tunisie*
*b- Centre National de la Recherche Scientifique, Service Central d'Analyse, 5 rue de la Doua 69100 Villeurbanne, France*
*c- Ecole Supérieure des Industries Alimentaires, 58 Avenue Alain Savary 1003 Cité el Khadhra, Tunis*

Le présent travail est une contribution à la découverte de molécules naturelles bioactives issues de la biodiversité végétale tunisienne. Dans ce contexte nous nous sommes intéressés à l'étude phytochimique de la plante *Diplotaxis érucoides*.
Les séparations chromatographiques menées sur l'extrait butanolique des parties aériennes non fleuries de la plante *Diplotaxis érucoides* ont conduit à l'isolement d'un composé à l'état pur noté F5.
L'étude structurale de produit isolé menée moyennant la spectrométrie de masse, la RMN 1D (1H, 13C, Dept 135) et la RMN 2D (COESY, HSQC, HMBC, NOESY) nous a permis d'identifier ce composé comme étant le Rhamnetine-3-O-β-D-glucopyranoside isolé pour la première fois de la plante *Diplotaxis érucoides*.
Les études chromatographique de l'extrait hexanique par CPG-FID, spectrométrique (CPG-SM) nous ont permis de déterminer la composition chimique de la fraction lipidique des parties aériennes non fleuries.
L'extrait butanolique est testé pour ses activités antioxydante et antibactérienne. Les résultats obtenus montrent que cet extrait présente une activité antioxydante intéressante avec des $IC_{50}$ égale à 0,024 ± 0,001 mg/mL, comparable à celle du BHT pris comme référence ($IC_{50}$ = 0,018 mg/ml). L'étude de l'activité antibacterienne montre que *Staphylococcus aureus* et *Pseudomonas aeruginosase* monocytogène sont les bactéries les plus sensible avec un diamètre d'inhibition de 21 mm a une concentration en extrait de 25 µg / ml.




Rhamnetine-3-O-β-D-glucopyranoside

**Mots clés :** Diplotaxis érucoides, séparation chromatograhique, étude stucturale, activité antioxydante.

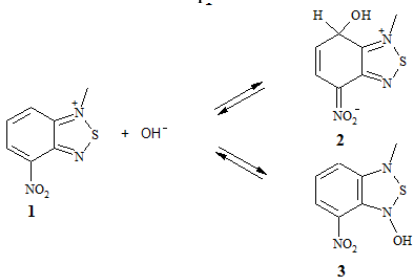
# SYNTHSE ET REACTIVITE AMBIDENTE DU 4-NITROBENZOTHIAZOLE *N*-METHYLE

Saida Ben SALEH [a], Taoufik BOUBAKER[a], Régis GOUMONT[b]

[a]*Laboratoire de Chimie Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivité*
*Faculté des Sciences de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019 Monastir, Tunisie.*
[b]*Laboratoire I.R.E.M, Institut Lavoisier-Franklin*
*Université de Versailles, 45, Avenue des Etats-Unis, 78035 Versailles Cedex, France.*

Le travail que nous présentons s'inscrit dans le cadre de la réactivité des hétérocycles dotés d'un caractère électrophile très important.

Nous détaillerons dans une première partie le schéma général de la synthèse du 4-nitrobenzothiazole *N*-méthylé **1.** La seconde partie sera consacrée à une présentation des résultats obtenus par spectrophotométrie à flux stoppé de l'étude cinétique détaillée de la réaction de couplage du 4-nitrobenzothiazole *N*-méthylé **1** avec l'ion hydroxyde dans l'eau à 20 °C. L'analyse des résultats a permis de mettre en évidence une remarquable capacité de cet électrophile à se comporter comme un électrophile ambident, carboné et azoté selon les conditions expérimentales. En effet, l'interaction donne initialement naissance à l'adduit-σ-carboné **2**, conformément à nos attentes. Thermodynamiquement moins stable que son isomère azoté, l'adduit **2** disparaît ensuite au profit du composé **3** qui est le seul produit stable obtenu en fin de réaction (Schéma I). En outre, l'application de l'équation de Mayr a permis de quantifier le paramètre d'électrophilie E des deux centres actifs C7 et N3 de l'électrophile étudié.




**Shéma I**

**Mots clés** : Adduit-σ-carboné, réactivité, benzothiazole, approche de Mayr, électrophilie.

## Références

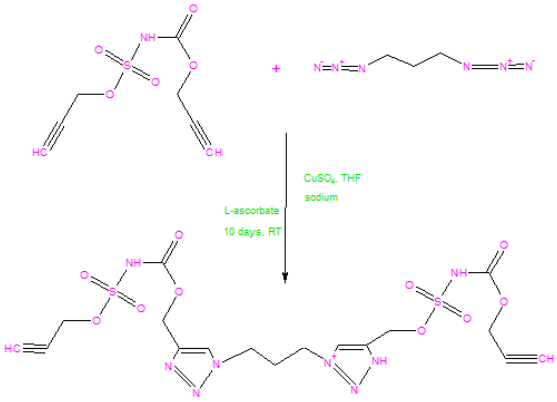
[1] H. Mayr et M. Patz *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.*, **1994**, *33*, 93-957.
[2] T. Boubaker, R. Goumont, E. Jan, F. Terrier *Org Biomol Chem*., **2003**, *1*, 2764.
[3] B. Brodbeck, B. PTllmann, S. Schmitt, M. Nettekoven*Tetrahedron Lett.*, **2003**, *44*, 1675-1678.
[4] H. Mayr, B. Kempf, A. R. Ofial *Acc Chem Res*., **2003,** *36*, 66-77.
[5] S. Batori, G. Hajos, P. Sandor, A.Messmer. *J. Org. Chem*., **1989**, *54*, 3062 – 3068.
[6] T. Kanzian, H. Mayr. *Chem. Eur. J*., **2010**, *16*, 11670–11677.

# Synthèse des cycles polytriazoles par la chimie click

Asma Ben Sghaier[a], Mohammed Béji[a], Mohammed Mehdi Chehimi[b]

*a) Laboratoire de Chimie Organique Structurale Et Macromoléculaire*
*b) Interface Interfaces, Traitements, Organisation et DYnamique des Systèmes*
souma-souma1@hotmail.fr

La cycloaddition 1,3 dipolaire désigne la cyclisation entre un composé 1,3 dipolaire (azoture, diazoalcane, oxyde de nitrile) et un dipolarophile (alcyne, alcène).
La cycloaddition entre un azoture et un alcyne conduit à la formation de 1,2,3-triazole ; ce sont des composés très stables, généralement inertes face à des conditions réductrices ou oxydantes et cela même à température élevée. Les triazoles possèdent également un grand moment dipolaire (4,4-5,6 D) et une capacité à générer des ponts hydrogènes [1, 2].
Cette présentation reprendra le même procédé de synthèse des cycles polytriazoles. On a utilisé deux monomères bifonctionnels [3] comme le montre le schéma ci-dessous :




**Mots Clefs** : cycle polytriazole, chimie click, cycloaddition 1,3-dipolaire de Huisgen

**References:**

[1] D. Srividhya, S. Manjunathan, S. Thirumaran, *E-J. Chem*., **2009**, *6*, 928-937.
[2] J. E. Hein, V. V. Fokin, *Chem. Soc. Rev*., **2010**, *39*, 1302-1315.
[3] *Macromolecules* **2006**, *39*, 6793-6795.

# Cadmium removal from brackish waters by an electro-membrane process

Mourad Ben Sik Ali[a,b], Amor Hafiane[c], Mahmoud Dhahbi[c], Béchir Hamrouni[b]

[a)] *Engineering Preparatory Institute of Nabeul (IPEIN), University of Carthage, Merazka 8000 Nabeul, Tunisia*
[b)] *Desalination and Water Treatment Research Unit (URTDE), Chemistry Department, Faculty of Sciences of Tunis, El-Manar II 2092, Tunisia*
[c)] *Water Researches and Technologies Centre of Borj-Cedria (CERTE), PO Box 273, 8020 Soliman, Tunisia*

The increase in the environmental regulations encourage the development of efficient method for processing effluents containing metal ions. This research focuses on cadmium removal from brackish water by an electro-membrane process: The electrodialysis.
Experiments were carried out on synthetic brackish water solutions and using a laboratory scale electrodialysis system. The parameters that influence the process efficiency was investigated. The efficiency of this process was assessed by the determination of five parameters: the demineralization rate, the removal rate and the transport flux of cadmium, the current efficiency and the specific power consumption.The applied voltage, the feed flow rate, the pH and cadmium initial concentration of the feed solution have a significant effect on the process efficiency and mainly on the cadmium transfer from dilute to concentrate compartment. In contrast, feed ionic strength seems to affect only the specific power consumption and not the metal removal rate.

**Keywords:** Electrodialysis, Synthetic brackish water, Demineralization rate, Cadmium removal, Process efficiency.

# SYNTHESIS, CRYSTAL STRUCTURE, OPTICAL AND DIELECTRIC PROPERTIES OF 2-(2-AMINOETHYL)-1-METHYLPYRROLIDINIUM CHLORIDE HEXACHLOROBISMUTHATE(III) MONOHYDRATE $[C_7H_{18}N_2]_2ClBiCl_6.H_2O$

Fayçal Ben Tahar[a], Nassira Chniba-Boudjada[b], NicolasRtel Ramond[c], Joel Jaud[c], Sergejus Balciunas[d], Maksim Ivanov[d], Ruta Mackeviciute[d], Juras Banys[d], Radhouéne Chtourou[e], Abdelatif Bel Hadj Mohamed[e], Slaheddine Chaabouni[a]

[a]*Laboratoire des Sciences de Matériaux et de l'Environnement, Faculté des Sciences de Sfax,Université de Sfax, Route de Soukra- km 3,5 - BP 1171, 3018- Sfax, Tunisia.*
[b]*Laboratoire de cristallographie CNRS. BP 166. 38042 Grenoble cedex 9, France.*
[c]*Centre d'Elaboration de Matériaux et d'Etudes Structurales(CEMES), 29, rue Jeanne Marvig CNRS, BP 4347, 31055 Toulouse Cedex 04-France.*
[d]*Vilnius University, Faculty of Physics, Sauletekio al. 9/3817, LT-10222 Vilnius, Lithuania.*
[e]*Laboratoire de Photovoltaique, Centre de Recherche et de Technologie de l'Energie, Technopole Borj Cédria, B.P N°95, 2050-Hammem Lif-Tunisia.*

A stable compound of chemical formula $[C_7H_{18}N_2]_2ClBiCl_6.H_2O$ were prepared by dissolving of bismuth(III) nitrate and 2-(2-Aminoethyl)-1-methylpyrrolidine in concentrated HCl solution in stoichiometric ratio. The reaction occurs in the presence of a racemic volume mixture of hydrochloric acid (20 ml) and water (20 ml). Then, the resulting aqueous solution is kept at room temperature. After slow evaporation, single crystals form of needle have appeared in the solution. The chemical reaction of the title compound was the following :

$$2\ C_7H_{18}N_2 + Bi(NO_3)_3 + 7\ HCl \rightarrow [C_7H_{18}N_2]_2ClBiCl_6.H_2O + 3\ HNO_3$$

The chemical composition of the compound was verified by X-ray single crystal, optical and dielectric properties.

The crystallographic study of this material enabled us to solve the structure of our compound with factors reliability quite satisfactory: R = 0.0463 and wR = 0.0764. In fact, this compound crystallizes in the orthorhombic crystal system with a non-centrosymmetric space group $P2_12_12_1$. The unit cell parameters are: a = 7.5500 (6) Å, b = 18.3780 (2) Å, c = 19.8980 (13) Å. The crystal structure of this compound was formed by diprotonated organic cations of 2 (2-aminoethyl)-1-methylpyrrolidininium, monomers $[BiCl_6]^{3-}$, isolated anions of $Cl^-$, and water molecules. The $BiCl_6^{3-}$ octahedra are located one above the other along the c-axis. In this structure, those octahedra of Bismuth are arranged in zig-zag along the c axis. Hydrogen bonds which bind between anionic layers which are formed by inorganic entities and others cationic layers which are formed by organic moieties ensure stability and neutrality of the crystalline edifice.

The spectral data of UV absorption of 2 - (2-aminoethyl)-1-methylpyrrolidine hexachloro-bismuthate chloride (III) monohydrate have significant characteristic bands that were defined using previous publications to better understand the structural properties and bonds within the synthesized complex.

The study of the permitivity versus frequency and temperature as well as the study of the function of dissipation in the temperature allowed us to note that the measured conductivity along the c-axis is larger than that perpendicular to this axis and identify the existence of the phenomenon of dipolar relaxation at low frequencies within the material.

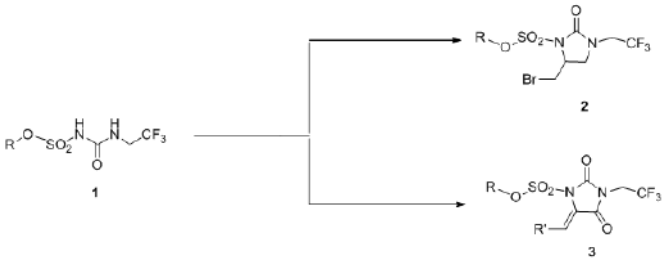
# SYNTHESIS OF IMIDAZOLIDINONE DERIVATIVES

Ben Trad Rawia[a], El Kateb Mejda[b], Mohamed Beji[c]

*[a)] Laboratoire de Chimie Organique Structurale et Macromoleculaire,*
*Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, Manar 2, 2092 Tunis, Tunisie*
*[b)] Institut Supérieur des Etudes Préparatoire en Biologie Géologie*
*49 Avenue «13 Août » Choutrana II - 2036 Soukra*
*[c)] Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieurs de Tunis*
*2, rue JawaherLel Nehru, Montfleury, 1008, Tunis, Tunisie*
rawia.bentrad@gmail.com

Imidazolidinones are an important class of heterocyclic compounds whose ring moiety is present in several natural and synthetic products [1]. They have recently attracted increasing interest due to their ability to act as inhibitors in various biological systems [2], as antitumor agents [3] and 5-$HT_{2C}$ receptor antagonists [4]. Therefore**,** Many researchers were interested in the chemistry of these heterocyclic compounds.

In this context and considering the importance of the molecules containing imidazolidinone ring moiety, we present in this work the synthesis of new imidazolidin-2-ones **2** and imidazolidine-2,4-diones **3** prepared from the condensation reactions of allyl or dialkyl acetylenedicarboylate and fluorinated *N*-sulfonyl ureas **1**.




We shall increase the value of these compounds, by the exploration of their biological activities.

**Key words:** urea, cyclisation of urea, imidazolidinone, imidazolidinedione

## References

[1] Abdolali Alizadeh et Ehsan Sheikhi, *Tetrahedron Letters* **2007,** 48, 4887–4890
[2] Alaa A.-M. Abdel-Azizet al., *Journal of Molecular Structure* **2010**, 969, 145–154
[3] H.-Y.P. Choo, S. Choi, S.-H. Jung, H.Y. Koh, A.N. Pae, *Bioorg. Med. Chem*. **2003** ,11 4585.
[4] C.J. Goodacfre et al., *Biorg. Med.Chem. Lett*. **2005**, 15, 4989.

# Synthesis and Characterization of heterogeneous catalysts for the asymmetric sulfoxidation

Takwa BEN ZID[a], Ilyes KHEDHER[a], José Maria FRAILE[b]

[a)] *Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse. Département de Chimie. Faculté des Sciences de Tunis, Tunisia*
[b)]*Instituto de Ciencia de Materiales de Aragón. Departamento de Química Orgánica, Facultad de Ciencias, Universidad de Zaragoza, Spain*

Chiral vanadyl salen complexe was immobilized into two different supports (MCM-41 and Laponite) **[1]**. The formation and integrity of the complex to the supports have been verified by a series of characterization techniques such as X-ray powder diffraction (XRD), nitrogen adsorption–desorption analysis, Fourier-transfer infrared spectroscopy (FTIR), nuclear magnetic resonance (NMR) and UV–Visible.
In order to prove the immobilization of the complex onto support, homogenous vanadyl complex was synthesized and used as reference in preparation and in catalytic tests.
Catalytic performances of catalysts were tested in asymmetric sulfoxidation reaction of methyl phenyl sulfide (fig.1)**[2].** Different reactional conditions were examined to optimize the conversion and the % ee of this reaction. The obtained results indicated that the heterogeneous catalysts exhibited higher catalytic activity, stability, reusability and comparable enantioselectivity than homogeneous scatalyst. Further, heterogeneous catalyst immobilized to MCM-41led to better results than Laponite-exchanged catalyst.

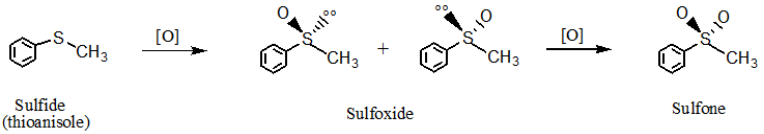



**Fig.1:** Asymmetric oxidation of Thioanisole

**Key words:** asymmetric, sulfoxidation, Jacobsen, MCM-41, Laponite, immobilization

## References

[1] E. N. Jacobsen, J. F. Larrow, Y. Gao, Y. Hong, X. Nie, C. M. Zepp, *J. Org. Chem*, 59 (1994)1939.
[2] A. Lazar, P. Sharma, A.P. Singh, *Micro. and Meso. Mat*. 170 (2013) 331–339.

# SOLVENT FREE MICROWAVE EXTRACTION OF ESSENTIAL OIL FROM THYME

Hasnia. BENMOUSSA[a], Mohamed. BALTI[a], Asma. FARHAT[a], Jalloul BOUAJILA[b], and Mehrez. ROMDHANE[a].

*[a)]Unité de recherche Environnement, Catalyseur, et Analyse des Procédé, ENIG, Université de Gabès Route de Medenine, 6029, Gabès, Tunisia,*
*[b)] Université de Toulouse, Laboratoire des Interactions Moléculaires et Réactivité Chimique et Photochimique, UMR CNRS 5623, Université Paul-Sabatier, 118 Route de Narbonne, F-31062 Toulouse, France.*
b.benmoussahasnia88@yahoo.fr

With the development of the green chemistry, there has been an increasing demand to find innovative green technologies for the extraction of essential oil from aromatic plants. Thus, the microwave dielectric heating is one of the key technologies employed in several fields of modern chemistry, their application leads to high-quality for extraction of essential oil from aromatic plant, it considered as a viable alternative to conventional techniques [1].
SFME has been proposed as a green technique for the extraction of essential oil from aromatic plants. This process is a combination of microwave heating and dry distillation performed in a single stage at atmospheric pressure without adding any solvent or water [2]. In this work, the SFME and conventional methods, steam distillation SD, are used for the extraction of essential oil from *thymus vulgaris* L. and are compared as well as in terms of extraction time, yields, chemical composition and quality that environmentally friendly. Scanning electron microscopy SEM shed light on the physical action of the both extraction methods.
Essential oils isolated by SFME were quantitatively (yield) similar to those obtained by SD but qualitatively, the presence of 18 and 9 compounds in the essential oils obtained through SFME and SD, respectively have been identified by GC-MS. The SFME offers numerous advantages over SD, namely; shorter extraction times (35 min versus 2h), lower cost and less energy consuming (464 g $CO_2$ $g^{-1}$ essential oil versus 1600 g $CO_2$ $g^{-1}$ essential oil). Finally, the SEM shows clearly that the cells are broken and damaged more quickly in SFME than in SD.
SFME is a green process and appears as a good alternative for the extraction of essential oils from aromatic plants.

**Key words:** Solvent free microwave extraction, Steam distillation, Essential oil, *Thymus vulgaris* L.

## References

[1] Camel, V. (2000). Microwave-assisted solvent extraction of environmental samples. *Trends Anal. Chem*, 19, 229–248
[2] Lucchesie, M. E., Chemat, F., & Smadja, J. (2004). Solvent free microwaves extraction of essential oil from aromatic herbs: Comparison with conventional hydrodistillation. *Journal of chromatography A*, 1043, 323-327.

# SYNTHESE ET CARACTERISATIONS DE NOUVEAUX OLIGOMERES π-CONJUGUES DÉRIVANT D'OLIGOMETHOXYPHENYL ACETONITRILE

Saber Blili[a], Ayoub Haj Said[a]

*[(a)] Université de Monastir, Laboratoire des Interfaces et des Matériaux Avancés Faculté des Sciences de Monastir, Boulevard de l'environnement 5000 Monastir.*

Les découvertes scientifiques des polymères π-conjugués et la large gamme de leurs applications dans l'opto-électronique [1,2], capteurs chimiques ou biochimiques [3] et les diodes électroluminescentes ont déclenché un vaste effort de recherche visant à optimiser la synthèse et la modification de ces matériaux.

Le présent travail s'inscrit dans le cadre de la recherche de nouvelles structures moléculaires aux propriétés contrôlables pour diverse applications. Notre démarche consiste à la préparation par voie électrochimique d'un oligomère conjugué de la famille des polyphénylène ayant une chaine pendante fonctionnelle, à savoir, l'oligométhoxyphényl acétonitrile [4], et de le modifier chimiquement selon la condensation de knoevenagel avec différents aldéhydes. Cette stratégie de synthèse nous permet, d'une part, de contrôler la valeur du gap du semi-conducteur organique obtenu et d'autre part de lui donner de nouvelles fonctionnalités. Dans ce cadre, on présentera les résultats de la modification chimique de l'oligométhoxyphényl acétonitrile par le 3-pyridinecarboxaldéhyde et le 1-pyrènecarboxaldéhyde. Les nouveaux matériaux, ainsi obtenus, ont été caractérisés par RMN, FT-IR et DSC. Les propriétés optiques de luminescence de ces matériaux ont permis de confirmer leur caractère semi-conducteur et de mesurer l'effet de la modification chimique sur la valeur du gap et sur la longueur d'onde de la lumière émise.

# CONTRIBUTION A L'ETUDE CHIMIQUE ET BIOLOGIQUE DE DIFFERENTS EXTRAITS DE FEUILLES ET DE RACINES DE *ERUCA VESICARIA LONGIROSTRIS.*

Bouacida Saoussen[1,2] Bouzouita Nabiha[1,2]

[1]*Ecole Supérieure des Industries Alimentaires de Tunis 58, Alain Savary 1003 Tunis.*
[2]*Laboratoire de Chimie Organique Structurale: Synthèse et Etude Physicochimique – Faculté des Sciences de Tunis*

Dans le présent travail, nous nous sommes intéressés à l'étude de la composition chimique, de l'activité antioxydante et de l'activité antimicrobienne des différents extraits hexanique, éthanolique, butanolique, acétate d'éthyle et aqueux des feuilles et des racines de *Eruca vesicaria longirostris*.

Le dosage des phénols totaux et des flavonoides, par des méthodes spectrophotométriques, a révélé que l'extrait butanolique des feuilles d'Eruca présente les valeurs les plus importantes respectivement de l'ordre de 300,469 mg d'équivalent d'acide gallique /g MS et 70,22 mg d'équivalent de Quercétine /g de MS.

L'étude de l'activité antioxydante de ces extraits, réalisée par trois méthodes : la méthode de blanchissement du β-carotène, le test anti-radicalaire sur DPPH· et le test d'ABTS.+, a montré qu'ils sont dotés d'un pouvoir antioxydant. L'extrait à l'acétate d'éthyle des feuilles présente les valeurs les plus faibles de $CE_{50}$ respectivement de 27 µg/ml et de 90 µg/ml pour le test anti-radicalaire sur DPPH· et le test d'ABTS.+ . Le test de blanchissement du β-carotène a montré que l'extrait aqueux des racines présente l'AA la plus importante qui est de l'ordre de 26,64 %.

L'activité antimicrobienne des extraits étudiés a été testée sur trois souches fongiques (*Aspergilus niger*, *Pencilium verucosum*, *Aspergilus ochraceus)* et six bactéries pathogènes (*Staphylococcus aureus* ATCC 25923, *Listeria monocytogene*, *Salmonella enteritidis* ATCC 14028, *Kleibsella pneumoniae*, *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 13833 et *Escherichia coli*).

Les résultats obtenus montrent que *Aspergilus niger* est la moins sensible suivie de *Pencilium verucosum* et *Aspergilus ochraceus*. *Staphylococcus aureus* et *Listeria monocytogenes* sont plus sensibles que les autres bactéries étudiées.

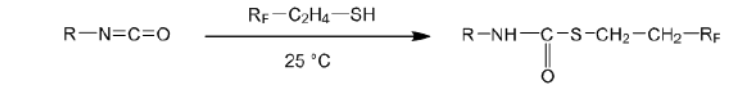
**Mots clés :** *Eruca vesicaria longirostris*, phénols totaux**,** flavonoïdes, activité antioxydante, activité anti fongique et antibactérienne.

# SYNTHESE DE THIOCARBAMATES *S*-PERFLUOROALKYLES

Soumaya Bouanani[a], M. El Kateb[b], M. Béji[c]

[a)] *Laboratoire de Chimie Organique Structurale, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, Manar 2, 2092 Tunis, Tunisie*
[b)] *Institut Supérieur des Etudes Préparatoire en Biologie Géologie 49 Avenue «13 Août » Choutrana II - 2036 Soukra*
[c)] *Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieurs de Tunis 2, rue JawaherLel Nehru, Montfleury 1008, Tunis, Tunisie*
soumayabouanani@gmail.com

Les *S*-thiocarbamates ont reçu une attention considérable, à cause de leurs diverses applications. Dans le domaine agricole, ils sont utilisés comme herbicides et pesticides [1]. Dans le cadre de leurs applications biologiques, ils sont utilisés comme bactéricides [2], anesthésiques [3] et ont des propriétés antivirales notamment comme agents de lutte contre le virus de l'immunodéficience humaine (VIH) [4],et comme des agents anti-tumoraux et des intermédiaires permettant l'accès à une variété de médicaments [5].
A sein de notre laboratoire, les thiocarbamates *N*-sulfonylés *F*-alkylés ont été synthétisés par action de thiols *F*-alkylés sur des isocyanates d'alcoxy et d'aroxysulfonyle [6]. Dans le but d'étendre ce travail, nous avons synthétisé un nouveau type de thiocarbamates *S*-perluoroalkylés par action de thiols *F*-alkylés sur des isocyanates simples (Schéma 1).




$R_F$= $C_6F_{13}$ , $C_6F_{17}$ ,$C_4F_9$

R = Phenyle
$C_6H_{11}$
n-butyl

**Schéma 1**

**Mots clés:** thiocarbamates *S*-perfluoroalkylé, thiols *F*-alkylé, isocyanate simple.

**Références**

[1] Y. Zhou, L. Wang, L. Han, F. Meng, C. Yang, *Carbohydr. Res*., **2009**, *344*, 1289-1296.
[2] Bowden.K, Chana. R. S, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 2*, **1990**, 2163.
[3] Wood.T.F, Gardner. J.H, *J. Am.Chem. Soc*., 1**941**, *63*, 2741.
[4] Cichero.E, Cesarini.S, Fossa.P, Spallarossa.A, Mosti.L, *Eur. J.Chem*., **2009**, *44*, 2059.
[5] J.S. Yadav, R. Goreti, S. Pabbaraja, B. Sridhar, *Org. Lett.*, **2013**,15,3782-3785.
[6] M. Beji, H. Sbihi, A. Baklouti, A. Cambon, *J. Fluorine Chem*., **1999**, 99, 17-24.

# Interaction between low grade magnesium oxide and sodium chloride on the microstructure and mechanical properties of magnesia – phosphate cement

Ichraf Bouaoun; Halim Hammi; Adel M'nif

*Laboratoire de Valorisation des Matériaux Utiles*
*Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux; Technopole Borj Cedria*
*B.P.73–8027.Soliman. TUNISIE*

Magnesia phosphate cement (MPC) was prepared by mixing MgO powder with $KH_2PO_4$ powder and sand. In field application, MPC mortar is usually used for rapid repair. The use of highly reactive magnesium oxides, such as pure caustic MgO, results in very exothermic reactions that lead to the formation of precipitates without forming monolithic cement, and also decreases mechanical properties of these materials. However, the setting time of the (MPC) may be improved by reducing the dissolution rate of MgO by a prior calcination of this raw material. The cost arising of the calcinations process is the main drawback of MPC formation, and for the economic point of view it is considered preferable to use retarders such as sodium chloride rather than calcined MgO at high temperature.

The use of sodium chloride reduces MgO reactivity and increases the setting time. So, the study investigated the effects of (NaCl) as retarders at concentration of 2%, 4% and 8% on compressive strength and setting time toward MgO calcined at different temperature. Very promising results were obtained mainly with the temperature 1000°C and X-ray diffraction shows the existence of new phases due to NaCl. An exhaustive study of some parameters controlling the acid-base reaction was made by means of a fractional factorial design with low grade magnesium (1000°C) to evaluate the influence of each component and the interactions between them. According to the setting times and compressive strength results, a formulation range is proposed.

**Keywords:** sodium chloride; magnesium oxide; strength; experimental design methodology.

# PURIFICATION AND CHARACTERIZATION OF "CHERT" FROM GAFSA METLAOUI BASIN: APPLICATION AS ADSORBENT OF RARE EARTH ELEMENTS

Imen BOUCHMILA, Bochra BEJAOUI KEFI,
Radhia SOUISSI, Mohieddine ABDELLAOUI

*Useful Materials Laboratory. National Institute of Research and Physico-Chemical Analysis (INRAP), Sidi Thabet technopole, 2020- Ariana, Tunisia*

Currently silica arouses the interest of researchers given its multiple physical and structural properties, dimensional characteristics and it's abundance in the natural state.

The 'chert' studied in this work comes from Gafsa Metlaoui basin. It underwent purification treatments and was characterized by various analytical methods (XRD, FX-ED, MEB, FTIR, ICP-AES, laser granulometry).

Purified 'Chert' is a siliceous phase SiO2 (~ 98%) mainly composed of-Opal CT (trydimite and cristobalite) and traces of quartz. Calcinations were carried out on samples of 'chert' at different temperatures: 200 °C, 400 °C, 600 °C, 800 °C and 1000 °C. Through the process of calcinations, some chemical and physical changes occurred in the sample of 'chert'. These changes include the change in color, transformation and disappearance of some phases.

The purified 'Chert' was tested as an adsorbent of rare earths elements and the results show that it possesses a good adsorption capacity.

**Keywords:** Chert, Purification, Calcinations, Adsorbent, Rare earth.

# ETUDE DE LA CINETIQUE D'ABSORPTION DU DIOXYDE DE CARBONE EN MILIEU AMMONIACAL

Boufaied A.[a], Dhibi M.[a,b], Hjal B. [a,b] , Ghouil T. [c], Hannachi A.[a]

[a)] *Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gabès, Université de Gabes, Tunisie*
[b)] *ISSAT Gabes, Université de Gabès, Tunisie*
[c)] *Groupe Chimique Tunisien, Gabès, Tunisie*

Plusieurs procédés industriels rejettent des effluents gazeux contenant du dioxyde de carbone. Cet élément est parmi les principales substances contribuant au réchauffement climatique. Pour limiter sa libération dans l'environnement plusieurs techniques ont été développées. La méthode la plus mature se base sur un cycle d'absorption - désorption par des amines. Un grand effort est actuellement déployé pour développer de nouveaux contacteurs et chercher de solutions d'absorption alternatives.

Ce travail focalise sur l'absorption du CO2 en milieu ammoniacal. Il vise la détermination de la cinétique d'absorption du CO2 avec l'ammoniaque. Une étude expérimentale a été conduite avec un system semi ouvert. L'absorption a été prolongée jusqu'à sursaturation de la solution en carbonate d'ammonium et formation de précipité. La captation du CO2 a été réalisée avec et sans régulation de température. La cinétique a été déterminée en suivant la variation de pH.

**Key words:** Environnement, CO2, capitation, solution ammoniacale, cinétique

# INFLUENCE OF THE ADDITION OF SMALL AMOUNTS OF FLUORAPATITE ON THE PROPERTIES OF PORTLAND CEMENT

Sonia BOUGHANMI, Mohamed El Maaoui and Adel Megriche

*Laboratory of applied Mineral chemistry, Department of Chemistry, Faculty of Sciences of Tunis, University of Tunis El Manar, 2092 El Manar I, Tunis, Tunisia.*

The growing use of alternative fuel and raw meal introduces minor elements into the kiln. The minor elements affect the burning process (clinkering, cooling, and emission) both thermodynamically by modifying the phase assemblages in the system $CaO\text{-}SiO_2\text{-}Al_2O_3\text{-}Fe_2O_3$ and kinetically by modifying the chemical and physical properties of the interstitial melt. Two main techniques are used to study their effects: The analysis of minor elements in industrial clinkers with limits imposed by the analytical measurements or the synthesis of laboratory clinkers with a controlled introduction of the minor elements. In this research we chose to add small quantity of fluor-apatite and control the influence on Portland cement. The manufacture of Portland cement requires a continuous quality control of the raw material and of the burning conditions in order to have a good quality clinker. For this reason the goal of the present communication is to discuss the experimental conditions before taking any strategy to make addition of fluor-apatite.

We prepared a samples from the same raw meal and ignited at different temperatures [1100 °C, 1200 °C, 1350 °C] in a muffle furnace in order to study the effect of temperature on the cement phase (C3S, C2S, C4AF, C3A) formation, after ignition the clinkers were chemically analysed, the oxide composition is determined by XRF and the resulting phases were determinated by XRD.

**Key word**: Alternative fuel, raw meal, minor elements, Kiln, Portland cement, clinker , burning and cooling process, fluoridated apatite, cement phases

# Palladium (0)-catalyzed reactions of allyl MBH acetates with enamines

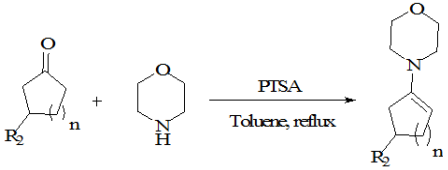
Ghalia Bouhalleb and Farhat Rezgui

*Laboratoire de Chimie Organique Structurale et Macromoléculaire,*
*Faculté des Sciences de Tunis -Campus Universitaire 2092 Tunis, Tunisie.*

Palladium (0)–catalyzed nucleophilic substitution of allylic compounds is a powerful tool in organic synthesis for the preparation of many classes of compounds[1] such as γ,δ-unsatured ketones *via* the construction of carbone-carbone bonds. Accordingly, in previous reports, enamines were found to be efficient nucleophiles for palladium-catalyzed allylic alkylation of allyl acetates to afford 1,5-unsatured ketones.

In connection with our previous study on the behaviour of Morita-Baylis-Hillman (MBH) derivatives towards various nucleophiles, we report in this paper our results on the allylic substitution of MBH acetates **5** and **6** or ethers **7**and **8** with enamines **3** and **4** using $ZnBr_2$ as an efficient Lewis-acid catalyst.

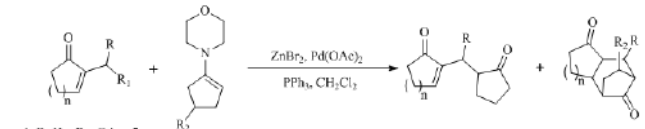
First, we prepared the enamines **3** and **4** from the reaction of the ketones **1** and **2** with secondary amines in the presence of PTSA in refluxing toluene (**Scheme 1**).[2]




n=1 $R_2$=H **1** **3**
n=2 $R_2$=H **2a** **4a**
n=2 $R_2$=$CH_3$ **2b** **4b**

**Scheme 1**

Next, we have found that allyl acetates **5** and **6** or ethers **7** and **8** reacted with enamines **3** and **4**, in the presence of $ZnBr_2$, $PPh_3$ and $Pd(OAc)_2$)[3], at 40°C in dichloromethane, to give a mixture of compounds **9** and **10** (**Scheme 2**).




n=1 R=H, $R_1$=OAc **5**
n=2 R=H, $R_1$=OAc **6a**
n=2 R=Me, $R_1$=OAc **6b**
n=2 R=H, $R_1$=OMe **7**
n=2 R=H, $R_1$=OEt **8**

**3,4** **9** **10**

**Scheme 2**

**Key words:** enamine , dicarbonyl compound, nucleophilic substitution

1- B. M, Trost, T.R. Verhoeven, *In Comprehensive Organo-metallic Chemistry*, **1982**, *8*, 799.
2- S. Hunig, E. Luke, W. Brenninger, *Org. Syntheses*. **1961,** *41*, 65.
3- X. Zhao, D. Liu, F. Xie, W. Zhang, *Tetrahedron*. **2009**, *65*, 512.

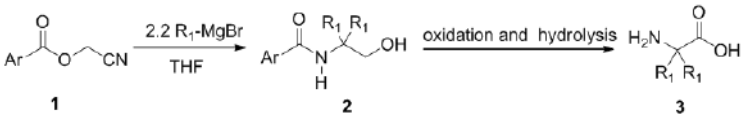
# ADDITION OF GRIGNARD REAGENTS TO CYANOESTERS. APPLICATION TO THE SYNTHESIS OF FUNCTIONALIZED AMINOACIDS

Fatma Boukattaya,[a,b] Fabien Boeda,[b] Morwenna S. M. Pearson-Long[b], Philippe Bertus[b] and Houcine Ammar[a]

*[a)] Laboratory of Applied Chemistry: Heterocycle, Fats and Polymers, Faculty of Sciences of Sfax, 3000 Sfax, Tunisia*
*[b)] Institute for Molecules and Materials of Le Mans (IMMM), UMR CNRS 6283, Université du Maine, Avenue Olivier Messiaen, 72085 Le Mans Cedex 9, France*

Contrary to the common idea that Grignard reagents can be added more easily on esters than on nitriles, we disclose herein that the addition of Grignard reagents, under mild conditions, to acyl cyanohydrins **1** leads to α,α-disubstituted hydroxyamides **2**.[1]

This method is particularly suitable for the synthesis of α,α-disubstituted amino acids (**3**), by oxidation of the primary alcohol and hydrolysis of the amide function. Depending on the nature of the $R_1$ moiety, several oxidation methods were used.




**1** **2** **3**

Compared to the known methods for the synthesis of α,α-disubstituted amino acids,[2] this protocol involves available starting materials and is easy to perform.

**Key words:** Grignard reagent; acyl cyanohydrin; α,α,α-trisubstituted amides; α,α-disubstituted amino acids.

## References

[1] Boukattaya, F.; Stanovych, A.; Setzer, P.; Abid, S.; Ammar, H.; Pearson-Long, M. S. M.; Bertus, P. *Chem. Commun*. **2012**, 8655-8657.
[2] Soloshonok, V, A.; Sorochinsky, A, E. *Synthesis*. **2010**, 2319-2344.

# SYNTHÈSE, CARACTÉRISATIONS PHYSICO-CHIMIQUES ET ÉTUDE STRUCTURALE D'UN NOUVEAU COMPOSÉ HYBRIDE À BASE DE PERCHLORATE : $(C_9H_{22}N_2)[ClO_4]_2$

Abdessalem Boumakhla[a], Hammouda Chebbi[a,b] et Mohamed Faouzi Zid[a]

*[a)] Laboratoire de Matériaux et Cristallochimie, Faculté des Sciences, El Manar II, 2092 Tunis, Tunisie.*
*[b)] Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieur de Monastir, Rue Ibn El Jazzar, 5019 Monastir, Tunisie.*

Les composés hybrides à base de perchlorates ont été particulièrement étudiés du fait des propriétés physiques intéressantes qu'ils présentent comme la ferroélectricité (perchlorate de pyridinium [1]). Dans le présent travail nous décrivons la synthèse, les caractérisations physico-chimiques et l'étude structurale d'un nouveau composé hybride à base de perchlorate de formule $(C_9H_{22}N_2)[ClO_4]_2$.

Le composé $(C_9H_{22}N_2)[ClO_4]_2$ est obtenu en mélangeant dans l'eau, le 4-amino-2,2,6,6-tétramétylpipéridine et l'acide perchlorique concentré selon les proportions molaires 1 : 2. L'évaporation lente, à température ambiante de la solution obtenue, conduit au bout de quelques jours à des cristaux incolores sous forme de parallélépipèdes.

Les caractérisations physico-chimiques du composé synthétisé ont été faites par diffraction des rayons X sur poudre, spectroscopie infrarouge (IR), RMN du $^{13}C$, analyse thermogravimétrique (ATG) et calorimétrie différentielle à balayage (DSC).

L'étude par diffraction des rayons X sur monocristal montre que le composé $(C_9H_{22}N_2)[ClO_4]_2$ cristallise dans le système monoclinique, groupe d'espace $P2_1/c$. Il présente un désordre d'un seul anion perchlorate, et ce désordre se manifeste par l'agitation thermique des quatre atomes d'oxygène entre deux sites cristallographiques. Sa structure est constituée par une succession de couches mixtes, anions-cations, parallèles aux plans moyens $(\bar{1}02)$. L'étude détaillée des différentes interactions intermoléculaires a mis en évidence la présence des liaisons hydrogène, moyennement fortes, de type N-H..O. Ces liaisons sont établies entre les cations et les anions. La description structurale est effectuée en appliquant la méthode des graphes du modèle des liaisons hydrogène. Ainsi le graphe unitaire de la structure est N1=DDDD. La combinaison de ces liaisons hydrogène forme un réseau bidimensionnel qui est fondé essentiellement sur des cycles ($R^4_4(12)$), des chaines finies ($D^2_2(9)$) et des chaines infinies ($C^4_4(12)$).

**Mots-clés:** composé hybride, perchlorate, DRX monocristal, structure cristalline.

**Référence**

[1] P. Czarnecki, W. Nawrocik, Z. Pajak, et W. asicki, *J. Phys. Rev.*, B49, (1994), 1511–1512.

# Application of the Rietveld method to detect the phase limit for $KNO_3$-$RbNO_3$ system from X-ray diffraction.

Khalil BOUZAZI, Habib BOUGHZALA & Hmida ZAMALI

*University of Tunis El Manar, 2092 Tunis, Tunisia*

The alkaline nitrates have been a subject of intense researches, mainly for their interesting proprieties such as energy storage, electrochemical and ferroelectric ones. Analyzing the case of $KNO_3$–$RbNO_3$ binary system done by many researchers, none of them has completed this work at ordinary conditions caused by the inadequate thermal analysis.

In this work X-ray powder diffraction (XRD) was employed to investigate the discontinuity in the $KNO_3$-$RbNO_3$ system at normal conditions. Rietveld refinement indicated that $Rb^+$ may substitute $K^+$ up to 51 mol % in the solid solutions of the $KNO_3$ (P mcn) structure (denoted as $K_{(1-x)}Rb_xNO_3$) and up to 85 mol % in the solid solutions of the $RbNO_3(P3_1)$ structure (denoted as $Rb_yK_{(1-y)}NO_3$). Moreover Rietveld method was used to obtain significant information about the relative concentration of the components of a two-phase samples.

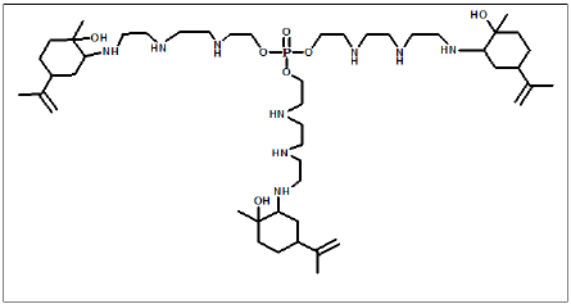
**Key words:** $KNO_3$-$RbNO_3$ , X-Ray diffraction , Rietveld refinement ,

# A SIMPLE AND CONVENIENT SYNTHESIS OF NEW β-AMINO ALCOHOLS AND AMINOPHOSPHINES CHIRAL AUXILIARIES BASED ON LIMONENE OXIDE

F.Brahmi et F. Meganem*

*Laboratoire de synthèse organique, Université de Carthage.*
*Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Jarzouna, Bizerte, Tunisie*
*.E-mail : faouzi.meganem@yahoo.fr

A series of chiral β-amino alcohols was prepared by the reaction of three following polyamines: ethylenediamine, diethylenetriamine and triethylenetetramine with limonene oxide in the presence of water as a catalyst.
The aim of the second part is the reaction of β-amino alcohols functionalized by diethylenetriamine with tris (2-chloroethyl) phosphate and characterization of obtained products by physico-chemical analyses (FT-IR spectroscopies, $^{1}$H NRM and $^{13}$C NRM).



**Keywords:** limonene oxide, β-amino alcohols, diethylenetriamine, tris (2-chloroethyl) phosphate.

# Synthèse stéréosélective des acides aminés cycliques dérivés de pyrrolidine

BRAHMI Jihed,[a,b] AOUADI Kaïss,[a] VIDAL Sébastien,[b] MSADDEK Moncef[a]

[a] *Faculté des Sciences de Monastir, Laboratoire de Synthèse Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivités, Université de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5000 Monastir, Tunisie*
[b] *Institut de Chimie et Biochimie Moléculaires et Supramoléculaires, Laboratoire de Chimie Organique 2 - Glycochimie, UMR-CNRS 5246, Université Lyon 1, 43 Boulevard du 11 Novembre 1918 F-69622, Villeurbanne, France*
kaiss_aouadi@yahoo.com

Le noyau pyrrolidine est omniprésent dans les produits pharmaceutiques. Les deux antihypertenseurs Fosinopril et Captopril vendu par la compagnie Bristol-Myers Squibb en sont de bons exemples. Ces deux composés ont générés à eux seul des milliards de dollars américains, ce qui montre bien l'importance de cet hétérocycle dans l'industrie pharmaceutique. Dans cette communication nous présentons une nouvelle approche pour la synthèse des acides aminés cycliques énantiopurs comprenant un noyau pyrrolidine, qui devraient présenter des propriétés biologiques intéressantes.

**Mots clés:** Nitrone , Cycloaddition-1,3-dipolaire, CuAAC, isoxazolidine.

# Water Hardness Removal for Industrial Use by Electrocoagulation–Electroflotation Process Using Aluminum Electrodes

BRAHMI Khaled [a], BOUGUERRA Wided [a], BELLAHSAN Hamza [b], ALOUI Limam [b], HAMROUNI Béchir [a], LOUNGOU Mouna [c]

[a] *U. R Traitement et Dessalement des Eaux, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, 2092 Manar II, TUNISIE*
[c] *Groupe Chimique Tunisien, Usine de M'Dhilla Gafsa, Km. 14 Route M'Dhilla- 2100 Gafsa*
e-mail:khaled.brahmii@gmail.com

The Tunisian Chemical Group in Gafsa, Tunisia, is a sulfuric acid and superphosphate manufacturing industry. This industry is one of the most water-dependent industries which consume 400 $m^3$/h of very hard water per day. The treating of hard waters is generally applied as a conventional water treatment process for municipal use. However, for industrial use, this treatment is not applied because: (a) it requires a long detention time for magnesium and calcium precipitation (about 4, 5 hours); (b) a supersaturation associated with an hexahydrate CaCO3 which can be accomplished leading to severe incrustation of conduits and (c) a post stabilization of final water is needed. In this research we have studied the performance of electrocoagulation using aluminum for the removal of noncarbonated hardness for industrial use. Various experimental parameters such as pH, current, electrolyte doses, energy consumption, effect of stirring speed, surface-area-to-volume ratio, distance between electrodes, initial concentration, initial temperature of water, and electrocoagulation time were studied. Results showed that the production of primary coagulant during electrolysis improved flotation of both calcite (calcium carbonate, $CaCO_3$) and magnesium hydroxide, $Mg(OH)_2$. Optimum conditions for hardness removal were found to be pH 7, current of 3A, conductivity of 5,3 mS $cm^{-1}$, distance between electrodes of 0,5 cm, surface-area-to-volume of 13,6 $m^{-1}$, effect of stirring speed of 450 Run/min, initial temperature of 50 °C and electrocoagulation time of 30 minutes. The overall removal rate obtained for industrial water with this process was 83.8% with a detention time of 30 minutes.

**Keywords**: Electrochemistry; Electrocoagulation; Water Hardness Removal; Validation of the analytical method; Optimization conditions for electrocoagulation; Water treatment.

# THE INFLUENCE OF POLYMER ON MAGNESIUM OXYSULFATE CEMENT USING EXPERIMENTAL DESIGN METHODOLOGY

AMAL BRICHNI, HALIM HAMMI AND ADEL MNIF

*Useful Material valorization laboratory, National Center for research in materials Sciences, Technopole Borj Cedria, BP73, 8027 Soliman-Tunisia*

Magnesium oxysulfate cement (MOS) formed by mixing in well-defined proportions a concentrated solution of $MgSO_4.7H_2O$ with magnesium oxide powder. The main bonding magnesium oxysulfate hydrates found are $5Mg(OH)_2.MgSO_4.3\ H_2O$ (phase 5 ), $3Mg(OH)_2.\ MgSO_4.8H_2O$ (phase 3), $Mg\ (OH)_2.\ MgSO_4.5H_2O$ and $Mg\ (OH)_2.2\ MgSO_4.3H_2O$. The oxysulfate cement has good fire resistance, low thermal conductivity and is recently being considered for nuclear applications. Wood wool boards can be made using oxysulfate cement as a binder and waste products such as wood shavings or sawdust as fillers. Widespread use of magnesium oxysulfate cement has been limited because of loss of strength on prolonged exposure to water. To improve these deficiencies we used polymer (polyvinylacetate and residues of alkyd resin). The purpose of this work is to study the influence of polymer on the water resistance and compressive strength of MOS. The reasons led to the application of the experimental design methodology in order to maximize synthesis yield by searching for the optimum experimental conditions in a less number of experiments. We employed four factors (stirring speed**,** mixing time, $MgCl_2.6H_2O$/MgO ratio and polymer percentage) in order to model and optimize the chosen responses (Compressive strength, setting time and density).

**Key words:** Magnesium oxysulfate cement, polymer, polyvinylacetate, residues of alkyd resin, experimental design methodology

# Mise au point d'une méthode de spéciation des organostanniques dans les moules par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse à source plasma à couplage inductif (GC-ICP/MS)

Najet Châabene[1,2] Raouf Jebali[2] et Rafik Kalfat[1]

*1-Laboratoire Méthodes et Techniques d'Analyse, 2-Service d'Analyse Elémentaire Inorganique, Institut National de Recherche et d'Analyse Physico-Chimique, Biotechpole Sidi-Thabet, 2020 Ariana, Tunisie.*

Les organostanniques sont des substances organiques hautement toxiques qui sont solubles dans les milieux aqueux et les milieux organiques sous une multitude de formes. De part ses propriétés ioniques et lipophiles, le tributylétain (TBT) se concentre dans les lipides et/ou se fixe sur les macromolécules et s'accumule dans les foie et les reins. Même à des concentrations de l'ordre du $ng.L^{-1}$ dans le milieu aquatique, il peut perturber fortement le métabolisme des organismes les plus sensibles comme les algues et le zooplancton. Il est également considéré comme un perturbateur endocrinien et entraîne des phénomènes d'imposex chez certains mollusques comme les huîtres ou les gastéropodes ainsi que la stérilisation des femelles. Leur effet écotoxicologique vis-à-vis de l'environnement aquatique et en particulier les moules, est loin d'être complètement déterminé et évalué. Ainsi, la vie de l'être humain se trouve menacée et sa santé court un risque énorme.

Les méthodes analytiques développées font intervenir toutes sortes de techniques de préparation d'échantillon (solide-liquide (SLE), extraction assistée par micro-ondes (MAE), micro-extraction sur phase solide (SPME), de séparation (chromatographie en phase gazeuse (GC), chromatographie en phase liquide (HPLC) et de détection (spectrophotométriques, spectroscopies atomiques, spectrométrie de masse (MS). L'apparition de la spectrométrie de masse couplée à un plasma induit (ICP-MS) dans les années 90 a permis d'améliorer considérablement les performances analytiques et la qualité des mesures. Aujourd'hui la séparation par GC suivie de détection par ICP-MS est la technique la plus répandue, en raison de ses capacités multi-élémentaires, de sa large gamme dynamique et de sa capacité à mener des analyses en dilution isotopique.

L'objet de cette étude est la mise au point de la méthode de spéciation des organostanniques dans les moules par GC-ICP/MS dont les paramètres analytiques ont été optimisés.

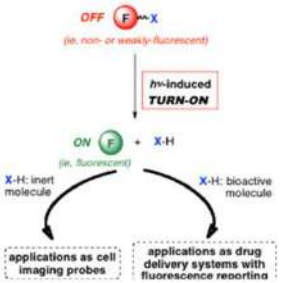
La mise en œuvre d'une technique d'analyse des espèces organostanniques requiert des procédures qui comportent typiquement les étapes suivantes: extraction, dérivation, séparation chromatographique et détection sélective. Cette étude nécessite l'utilisation d'un solvant d'extraction solide/liquide adéquat avec l'agent de dérivation ($NABH_4$) tout en assurant un rendement d'extraction élevé. Pour ce faire, un mélange d'acide chlorhydrique et de méthanol a été choisi comme solvant d'extraction dont le rapport a été optimisé. L'acide chlorhydrique détruit la matrice et libère les molécules organostanniques. Ces dernières sont très solubles dans le méthanol. Ainsi, toutes les molécules organostanniques sont récupérées dans le méthanol. L'extraction est assistée par micro-ondes. Ainsi, les paramètres agissants sur le rendement de l'extraction (température, puissance et temps) ont été optimisés. Cette optimisation a été réalisée sur un matériau de référence certifié afin de pouvoir donner des valeurs exactes des teneurs des organoétains. Un rendement d'extraction satisfaisant de 98,5% est obtenu garantissant ainsi une bonne estimation de la quantité réelle des organostanniques dans les moules. La limite de détection du TBT la forme la plus toxique, dans un échantillon de 0,2g de moule est de 4,85 ppb et la limite de quantification dans le même échantillon est de 7,48 ppb. Suite à ces optimisations et aux résultats obtenus, nous avons procédé à la validation de cette méthode et l'évaluation de sa robustesse et sa fidélité.

**Mots clés:** Spéciation, GC-ICP/MS, Organostanniques, TBT.

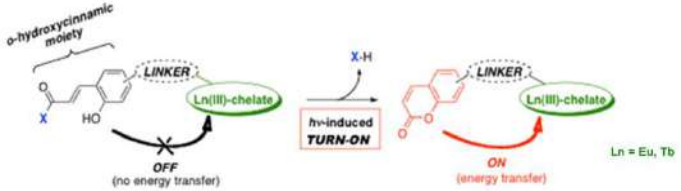
# LANTHANIDE(III)-COMPLEXES BEARING AN O-HYDROXYCINNAMYL RESIDUE AS A NOVEL CLASS OF PHOTOACTIVATABLE LUMINESCENT PROBES

SlimCHAABOUNI[a,b,c,*], Alison FRANCOIS[a], Souhir ABID[c], Valérie LOBJOIS[a], Chantal GALAUP[b], and Stefan CHASSAING[a,b*]

[a)] *ITAV (CNRS-USR 3505), Centre Pierre Potier, 1 place Pierre Potier, 31106 Toulouse cedex 1, France.*
[b)] *LSPCMIB (CNRS-UMR 5068), Université Paul Sabatier, 118 route de Narbonne, 31062 Toulouse cedex 9, France*
[c)] *Laboratoire de Chimie Appliquée: HCGP, Université de Sfax, Faculté des Sciences, Sfax, 3000, Tunisie*
[*] slim.chaabouni@itav.fr & stefan.chassaing@itav.fr




The design of fluorescence tools is an ever-expanding research area in the chemical and biological sciences. The exploration, understanding and control of biological processes in a spatiotemporal manner relies increasingly on fluorescence, but the chemical tool kit assembled to date is still unfit to address the multitude of issues arising from the highly complicated nature of living systems. Thus, there is currently a high demand for more sensitive, more versatile and more suitable fluorescent compounds for *in vivo* applications.
In that context, we recently initiated a program intended to provide new, alternative and complementary sets of fluorogenic tools that are non- (or weakly) fluorescent in their native forms (OFF state) and whose turn-ON fluorescence/luminescence is triggered by light excitation.[1] Starting from the fact that the *o*-hydroxycinnamyl platform is quite attractive regarding its potential as a fluorescent phototrigger,[2] we ambition to elaborate diverse cinnamic-based fluorescent tools exhibiting optimal properties for being implemented to cancer biology as cell imaging probes and drug-delivery systems with fluorescence reporting.
Among the so-envisaged imaging photoactivatable tools, we wish to report here our current results related to the development of a novel class of turn-ON luminescent lanthanide complexes, whose turn-ON principle is depicted in the scheme below. Worth reminding here is that lanthanide complexes are known for being remarkable luminescent probes, such complexes exhibiting additional advantages over conventional organic fluorescent probes, including: (i) a typical emission spectrum in the visible or the NIR region, (ii) no reabsorption effects due to the large energy gap between the absorption and emission bands, (iii) a long luminescence emission lifetime, and (iv) a higher resistance to photobleaching.




**Key words:** fluorescence, lanthanide complexes, photoactivation, photochemistry

**References**

[1] LaFrattaCN, Froukas JT, Baldacchini T, Farrer RA,*Angew. Chem. Int. Ed.***2007**, *46*, 6238.
[2] Gagey N, Neveu P, Benbrahim C, Goetz B, Aujard I, Baudin J-B, Jullien L,*J. Am. Chem. Soc.***2007**, *129*, 9986.

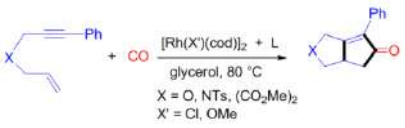
# Rhodium (I) complex in Glycerol: A Convenient Catalyst for Pauson–Khand Carbocyclisations Processes

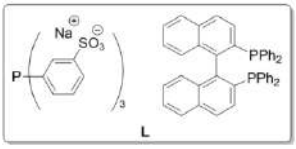
Faouzi CHAHDOURA,[1,3] Laurent DUBRULLE,[1,2] Jérôme DURAND,[2] David MADEC[1] and Montserrat GOMEZ[1]

[1]*Laboratoire Hétérochimie Fondamentale et Appliquée UMR CNRS 5069, Université Paul Sabatier, Toulouse, France*
[2]*Laboratoire de Chimie de Coordination UPR CNRS 8241 – Composante ENSIACET, Institut National Polytechnique, Université de Toulouse, Toulouse, France*
[3]*Laboratoire de Chimie Moécuaire ECPM CNRS 7509, Université de Strasbourg, Strasbourg, France*

chahdoura@chimie.ups-tlse.fr / http://hfa.ups-tlse.fr

Metal-catalyzed organic transformations represent an appropriate tool because they permit to work under smooth conditions (low energetic cost) and to minimise the by-products formation due to the high selectivity of the processes (atom economy). In the last ten years, alternative solvents to those organic volatile solvents commonly used, have been studied:[1] water, ionic liquids, supercritical fluids and perfluorinated solvents. But their general use is still subject to some limitations (high cost, lack of data concerning toxicity and biodegradability, separation of products). For this reason, we are interested in the use of an innovative solvent in catalysis coming from the biomass and currently produced in high amounts as a waste in the biodiesel production, glycerol.[2] Its low-cost, non-toxicity, high boiling point, negligible vapour pressure, high solubility of organic and inorganic compounds and low miscibility with other organic solvents, are the attractive properties to be applied in catalysis.
In this contribution, we will present the reactivity observed for Rh-catalyzed [2+2+1] Pauson-Khand carbocyclisations in neat glycerol. Surprisingly, the nature of the organometallic precursor ($[RhCl(COD)]_2$ *versus* $[Rh(OMe)(COD)_2]$) and the type of ligand (mono- *versus* di-phosphines) trigger dramatic effects on the catalytic activity in contrast to that observed using classical organic solvents. A NMR study will be discussed in order to understand the different species formed depending on the solvent involved.




## References

[1] a) J. A. Brito, S. Ladeira, E. Teuma, B. Royo, M. Gómez, *Appl. Catal. A: General*, **2011**, *398*, 88; b) I. Favier, A. Balanta Castillo, C. Godard, S. Castillón, C. Claver, M. Gómez, E. Teuma, *Chem. Commun*, **2011**, *47*, 7869; c) S. Jansat, J. Durand, I. Favier, F. Malbosc, C. Pradel, E. Teuma, M. Gómez, *ChemCatChem*., **2009**, *1*, 244.
[2] a) Y. Gu, F. Jérôme, *Green Chem.* **2010**, *12*, 1127; b) A. E. Diaz-Alvarez, J. Francos, B. Lastra-Barreira, P. Crochet, V. Cadierno, *Chem. Commun.* **2011**, *47*, 6208.

# Extraction des nanofibres de cellulose issues de tiges de maïs : Propriétés et pouvoir de renforcement.

Ashraf Chaker , Sami Boufi

*Laboratoire des Sciences des Matériaux et Environnement,*
*Faculté des Sciences de Sfax - Université de Sfax, Tunisie*

La Cellulose Nanofibrillée suscite beaucoup d'intérêt à la fois dans le monde académique et au niveau industriel. Ces nanoparticules de taille nanométrique peuvent être utilisées dans une large gamme d'applications, comme nanorenfort épaississant pour les produits cosmétiques ou alimentaires, agent de stabilisation etc…

L'objectif du présent travail est la production de cellulose nanofibrillée à partir des tiges de mais, qui représentent un déchet agricole. Les effets de la méthode d'extraction des fibres, du mode de leur prétraitement et de l'intensité de désintégration mécanique sur les propriétés des nanofibres obtenues ont été étudiés. Les nanofibres produits ont été utilisés comme nanorenfort pour l'élaboration de nanocomposite avec une matrice polymère.

**Mots-clés:** cellulose nanofibrillée, mais, nanocomposite.

# ELABORATION OF NANOMETRIC AEROGEL ZIRCONIA DOPED HETROPOLYACIDS HPW FOR N-HEXANE ISOMERIZATION

SAMIR CHAKHARI,* MOHAMED KADRI YOUNES, ALAIN RIVES, ABDELHAMID GHORBEL

[a]*University of Tunis El Manar, Faculty of Sciences of Tunis, LR01ES08, Laboratory of Maerials Chemistry and Catalysis, 2092, Tunis, Tunisia.*
[b]*University of Science and Technology of Lille, UMR CNRS 818, Unit of Catalysis and Solid State Chemistry, Building C3, 59655 Villeneuve d'Ascq, France.*
E–mail: samir.chakhari@gmail.com; Tel: (+216) 22 547 796

Heteropolyacids can be efficient acid catalysts with high thermal stability, high surface area and developed porosity, when it is dispersed onto suitable supports [1,2] Isomerization of linear hydrocarbons to branched ones over these solids seems to be a good alternative to improve the fuel quality by increasing its Run Octane Number (RON).

In our last work [3] we have showed that the aerogel catalysts based on zirconia doped heteropolytungstic acid (HPW) prepared by sol-gel method and dried in supercritical solvent conditions present a good catalytic performance in the n-hexane isomerisation. In this context and to optimize two preparation parameters we study in this work the effect of molar hydrolysis ratio and the HPW content in the preparation step of this catalyst.

The increase of molar hydrolysis ratio in the preparation step stabilizes zirconia tetragonal phase and induces spherical shape with a nanometric size for the particles. Ammonia temperature programmed desorption ($NH_3$-TPD) showed that the number of acid sites is dramatically increased with when hydrolysis ratio $n$$H_2O$/$n$Zr increase. These characteristics confer to catalysts a more reactivity in n–hexane isomerization. However, the increase in the content of HPW seems to be an inconvenient factor, which leads to the decrease of the catalytic properties. This may be due to the occupation of the space between the grains and pores of the solid by heteropolyacid when its tenor becomes important thus would reduce the adsorption of reactant during catalytic test.

**References**

[1] P.A. Jalil, M.A. Al–Daous, A. R. A. Al–Arfaj, A.M. Al–Amer, J. Bel–Tramini, S.A.I. Barri, Appl. Catal. A: Gen. 207 (2001) 159.
[2] K.M. Parida, S. Mallick, G.C. Pradhan, J. Mol. Catal. A: Chem. 297 (2009) 93.
[3] S. Chakhari, M. K. Younes, A. Rives, A. Ghorbel, J. Sol-Gel Sci. Technol. 69 (2014) 378.

# EXTRACTION ET SULFATATION DES POLYSACCHARIDES ISSUS DES RAQUETTES DE L'*OPUNTIA FICUS INDICA*: ACTIVITE ANTICOAGULANTE

Mohamed Aymen Chaouch[a], Manel Dhahri[b], Didier Le Cerf[c], Hatem Majdoub[a]

*[(a)] Laboratoire des Interfaces et des Matériaux Avancés, Faculté des Sciences de Monastir, Boulevard de l'environnement 5000 Monastir, Tunisie.*
*[(b)] Laboratoire de Pharmacologie, Faculté de Médecine, Avenue Avicenne 5019 Monastir, Tunisie.*
*[(c)] Université de Normandie, Laboratoire Polymères Biopolymères Surfaces, UMR 6270 CNRS Université de Rouen 76821 Mont Saint Aignan, France.*

Les polysaccharides présentent une vaste variété de structures primaires et de conformations. Leurs omniprésences et leurs divers rôles dans les systèmes biologiques témoignent du large spectre de leurs fonctionnalités. Il est connu depuis longtemps que les caractéristiques et les utilisations des polysaccharides natifs peuvent être considérablement élargies par des modifications de sa structure primaire et la présence de charge anionique ou cationique. Ces transformations vont influencer directement sur la conformation du polymère, son hydrophobie, sa solubilité, voire sa stabilité. Toutes ces modifications auront donc un impact conséquent sur les propriétés biologiques, chimiques et physiques. Il est connu que l'introduction de groupements additionnels de sulfates à un polysaccharide peut lui conférer de nouvelles caractéristiques pouvant élargir son champ d'application. Ainsi, il est maintenant établi que les groupements sulfates jouent un rôle prédominant dans l'activité antithrombotique de l'héparine.

Ainsi, l'objectif de notre travail est de modifier chimiquement un polysaccharide abadant en Tunisie afin obtenir un produit de bon marché qui possède une activité anticoagulante comparable à l'héparine.

Dans ce contexte, des pectines, ont étés extraites à partir des raquettes de figuier de barbarie moyennant différentes techniques (ultrason, microonde et congélation-décongélation) et à différents températures (25, 40, 70 et 100°C). Ainsi, l'extraction par ultrason à 40°C a donné le meilleur rendement (3,50%) en polysaccharide (PCU). Ce dernier renferme 36,21% de sucres neutres et 16,30% d'acides uroniques. La masse molaire moyenne en poids, déterminée par chromatographie d'exclusion stérique munie d'une triple détection, est de l'ordre de $6\ 10^6$ g/mol.

La sulfatation de l'extrait PCU a été réalisée par l'agent $SO_3$-DMF obtenu à partir de l'acide chlorosulfonique. Le polysaccharide sulfaté PCUS est obtenu avec un rendement de 65%. La sulfatation a été confirmée par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourrier (apparition de deux nouveaux bandes à 850 et 1250 $cm^{-1}$).

L'activité anticoagulante a été évaluée au moyen du temps de céphaline activé (aPTT) en présence de différentes concentrations du PCUS en comparaison avec PCU. Les résultats montrent que le polysaccharide PCU n'entraîne pas d'allongement du temps de coagulation alors que celui PCUS allonge de manière concentration dépendante l'aPTT. Ces résultats suggèrent que l'introduction des groupements sulfates joue un rôle important dans l'apparition de l'activité anticoagulante.

Ce travail sera complété par une optimisation de la dégradation des polysaccharides extraits afin d'étudier l'influence de la masse moléculaire sur l'activité anticoagulante.

**Mots Clés:** *Opuntia ficus indica*, polysaccharides, pectines, sulfatation, activité anticoagulante

# Synthèse, caractérisation et propriétés spectroscopiques de $NH_4YbP_2O_7$

Jalila Chékir Mzali, Karima Horchani-Naifer, Mokhtar Férid

*Laboratoire de Physico-Chimie des Matériaux Minéraux et leurs Applications, Centre National des Recherches en Sciences des Matériaux, Technopole de Borj Cedria, BP73, 8027 Soliman,Tunisia*
jalila.chekir@yahoo.fr

Les poudres de $NH_4YbP_2O_7$ ont été synthétisées par la méthode de flux. Par comparaison avec les références de la base des données ICDD, ce composé est révélé isotype à celle de $RbYP_2O_7$ (PDF no. 81-1100) [1]. En effet, il cristallise dans le système monoclinique avec le groupe d'espace $P2_1/c$ (n°14), les paramètres de la maille sont: a=7,7038(6)Å; b=19,924(7)Å; c=8.625(2)Å, β=105,239(5)°. La Diffraction des RX sur poudre, les spectroscopies vibrationnelles FTIR et le Raman ont été utilisées pour identifier ce matériau. Les propriétés spectroscopiques de l'ion $Yb^{3+}$ dans $NH_4YbP_2O_7$, ont été réalisées à la température ambiante. Une bande large située entre 970 nm et 1060 nm liée aux transitions électroniques $^2F_{7/2} \rightarrow {}^2F_{5/2}$ est observée dans le spectre d'absorption, enregistré dans le domaine [190-1400] nm. Quatre niveaux Stark de l'état fondamental $^2F_{7/2}$ sont situés sur le spectre d'émission entre 976 nm et 1061nm, après excitation à 800 nm. Dans le spectre UV-visible. Deux bandes d'émission apparaissent avec un maximum aux alentours de 337 et 484 nm associées, respectivement, aux transitions BTC $\rightarrow {}^2F_{7/2}$ et BTC $\rightarrow {}^2F_{5/2}$. Ces bandes ont été observées après excitation de 200 nm.

**Références**

[1] A. Akrim, D. Zambon, J. Metin, J.C. Cousseins, *J. Solid State Inorg. Chem.* 30(1993)483.

# Etude et caractérisation de la cinétique de précipitation dans l'alliage Al-Zn-Mg-Cu (7075)

M. Chemingui[a], M. Khitouni[a], G. Mesmacque[b] et M. Dammak[a]

[a]*Laboratoire de Chimie Inorganique, UR-11-ES-73, FSS, B. P. 1171, 3000 Sfax, Tunisie.*
[b]*Laboratoire de Mécanique de Lille, Cité Scientifique Villeneuve d'Ascq 59653 France*

Pour répondre aux exigences de l'industrie moderne, de nombreux programmes de recherches sont mis en route pour le développement des matériaux performants et moins coûteux. L'aluminium reste toujours important, car ses caractéristiques s'améliorent de jour en jour. L'ajout d'éléments d'addition à l'aluminium et l'application de traitements thermiques provoquant la précipitation des nouvelles phases extrêmement fine, améliorent nettement ses caractéristiques. Actuellement les alliages d'aluminium ayant les meilleures caractéristiques mécaniques appartiennent à la série 7000. Ces alliages, sont très largement utilisés dans la construction aéronautique et automobile. Dans ce travail nous nous intéressons à l'alliage Al-5,7%Zn-2,5%Mg-1,7%Cu (%massique) (série 7000). C'est un alliage dit à durcissement structural; ses propriétés mécaniques dépendent de son historique thermique comprenant la mise en solution solide de tous les constituants, une trempe et un vieillissement.
Le but de ce travail est d'étudier les effets des traitements thermiques sur le mécanisme de précipitation de l'alliage Al-Zn-Mg-Cu et de mettre en évidence cette précipitation qui explique l'évolution des propriétés mécanique de l'alliage étudié. Nous avons utilisé la microdureté pour suivre l'évolution des caractéristiques mécaniques et la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, la microscopie électronique en transmission, la calorimétrie différentielle à balayage et la diffraction des rayons X pour caractériser la microstructure. L'analyse des résultats expérimentaux obtenus par ces méthodes nous a permis de tirer quelques conclusions. Les mesures de la microdureté montrent que le pic principal de durcissement est enregistré à 140°C avec une valeur élevée (222 HV). Cette augmentation de la valeur de la microdureté est due au phénomène du durcissement structural. L'étude métallographique de l'alliage Al-Zn-Mg-Cu a montré l'affinement de la taille de grains et la haute fraction volumique des précipités. L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) est très adaptée pour caractériser la séquence de précipitation et l'étude des phénomènes de transformations de phases et de précipitation et la DRX confirme ces résultats. Nous avons montré que le revenu modifie largement les propriétés mécaniques du matériau, par durcissement structural. Ce dernier est dû à la précipitation des phases fines et homogènes (zones GP et η'). Ce phénomène est traduit par l'apparition des pics exothermiques et la dissolution de ces phases par l'apparition des pics endothermiques.
Enfin, il serait intéressant de confirmer ces résultats par d'autres techniques expérimentales telles que la dilatometrie.

**Mots clés :** Al-Zn-Mg-Cu, microscopie, précipitation, DSC.

# CARACTERISATION OF Ni BASED ALLOYS PREPARED BY HIGH ENERGY MECHANICAL ALLOYING: STRUCTURE REFINMENTAND ORDER PARAMETER

Amal Cherif[a], Rakia Daly[a], Jean josep Suñol[b], Mohamed Khitouni[a]

*[a)] Laboratory of Inorganic Chemistry, Ur-11-Es-73,FSS, University of Sfax, 1171, 3018-Sfax, Tunisia*
*[b)] Dep. of Physics, University of Girona, Campus Montilivi, Girona 17071, Spain.*

The present study investigate the structure refinement and order parameter evolution of binaries Ni-Al alloys with and without boron additions prepared by mechanical alloying. X-ray diffraction was used to analyse the microstructure evolution and to calculate the long range order parameter as a function of milling times. Boron effects on microstructure refinement were also discussed. We have shown that the presence of boron retards the solid solution formation in the mechanically alloyed compounds. This is probably related to a decrease of the amount of deformation induced by mechanical milling. Moreover we have shown that a boron addition decreases the amount of strain within the grain. We have note a great relationship may exist between the total deformations, crystallite size refinement and the order state of the structure.

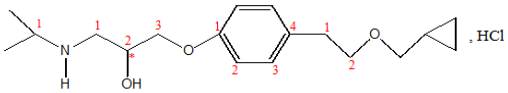
**Key words:** Mechanical alloying, Order parameter, Structure refinement, Boron addition

# SEPARATION DE BETAXOLOL DE SES PRODUITS DE SYNTHESE PAR CHROMATOGRAPHIE LIQUIDE A HAUTE PERFORMANCE (HPLC) : ETUDE DE STABILITE

Anis Chmangui[a], Sondes Bouabdallah[a],
Mohamed Ridha DRISS[a] S. Touil[a].

*(a) Laboratoire de chimie organique et hétéro éléments, Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna, Tunisie.*

Le présent travail consiste à réaliser une étude de stabilité et la séparation chromatographique de chlorhydrate de bétaxolol de ses produits de synthèse, le bétaxolol utilisé pour le traitement de l'hypertension ou le glaucome et trouble cardiovasculaires [1] appartenant à la famille des bétabloquants dont la structure est la suivante.




Bétaxolol HCl

Chlorhydrate de(RS)-3-{4-[2-(cyclopropylméthoxy)éthyl]phénoxy}-1-[(1-méthyléthyl)amino]propan-2-ol

La séparation chromatographique a été réalisée sur une colonne Nucleosil C18, 4 µm (150 x 4,6 mm), en utilisant une élution isocratique à une longueur d'onde de 220 nm [2] avec un détecteur UV visible. La phase mobile est composée d'un tampon phosphate ($KH_2PO_4$) 0,02 M et d'un solvant organique (méthanol ou acétonitrile).

Nous avons développé dans un premier temps l'étude de l'effet de deux paramètres sur la séparation chromatographique du betaxolol des ses six produits de synthèse à savoir le pH de la phase mobile et le pourcentage du solvant organique. La séparation optimum a été réalisé avec la phase mobile constituée d'un mélange binaire tampon phosphate (pH =6)/ acétonitrile (60 :40).

La deuxième partie est consacrée à l'étude de réactivité betaxolol en milieu acide, basique et oxydant.

**Key words:** Chlorhydrate de bétaxolol, degradation forcée, chromatographie HPLC

**Référence:**

[1]. (a) M. Reza, R.B.J. Dion. Pharm. Pharmaceut. Sci., 4 (2001) ,185; (b) N.Bodor, A.A. El-Koussi, M. Kano, M.M.J. Khalifa. Med.Chem., 31 (1988), 1651.

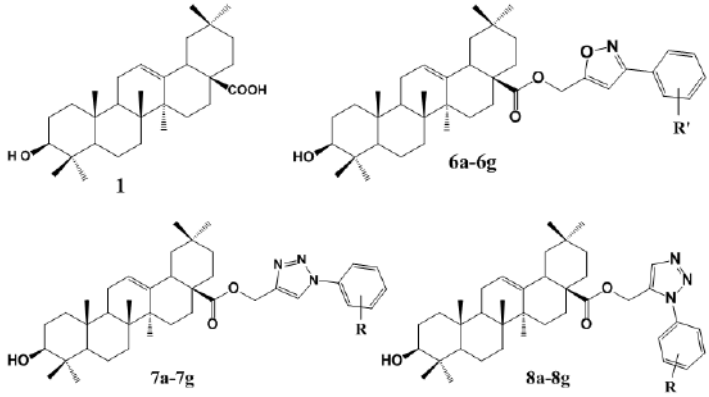
[2]. M. Delamoye, C. Duverneuil, F. ois Paraire, P. Mazancourt, J.C. Alvarez. Forensic Science International 141 (2004) 23–31.

# Synthesis of new oleanolic acid derivatives bearing isoxazoles, 1,4 and 1,5-disubstituted triazole tether by Cu(I) (CuAAc) and Ru-catalyzed Huisgen cycloaddition

Karim Chouaib*, Hichem Ben jannet and M'hamed Ali Hamza

*Laboratoire de Chimie Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivité, Equipe : Chimie Médicinale et Produits Naturels, Faculté des Sciences de Monastir, Université de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019, Monastir, Tunisie*
* karimchouaib1@hotmail.fr

The natural pentacyclic triterpenoid, oleanolic acid **1** was isolated from pomace olive (*Olea europaea* L.) using an ultrasonic bath with high quantities (3.4 mg/g DW). A regioselective approach using Huisgen 1,3-dipolar cycloaddition reaction of the previously prepared oleanolic acid-alkyne derivative 5 with various aromatic azides and arylnitrile oxides was employed to target an array of oleanolic acid-isoxazolyl derivatives **6**, 1,4- and 1,5-triazolyl derivatives **7** and **8** in an efficient manner, catalyzed by Cu(I) (CuAAC) or Ru(II) under microwave conditions. Their structures were confirmed by using $^{1}H$ NMR, $^{13}C$ NMR, NOESY and MS analysis.




**Key words:** *Olea europaea*, Oleanolic acid, Oleanolic acid derivative, CuAAC, Aromatic azide, arylnitrile oxide.

# Structural, microstructural and dielectric studies in multiferroic $LaSrNiO_{4-\delta}$ prepared by mechanical milling method

A. Chouket[a], A. cheikhrouhou[a], V. Optasanu[b], O. Bidou[b], M Khitouni[c]

[a] *laboratoire de physique des Matériaux, Faculté des Sciences de Sfax, BP 1171, Université de Sfax, 3018 Sfax, Tunisie.*
[b]*Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne (ICB), UMR 6303 CNRS Université de Bourgogne 9 AV. Alain Savary BP 47870, 21078 DIJON Cedex, France.*
[c]*Laboratoire de Chimie Inorganique, Ur-11-Es-73, Faculté des Sciences de Sfax, BP 1171, Université de Sfax, 3018 Sfax, Tunisie.*

Compound from the solid solution $LaSrNiO_{4-\delta}$ has been successfully prepared by Mechancal milling and heat treatment method. Structure and microstructure transformations were characterized by X-ray powder diffraction, scanning and transmission electrons microscopies. Dielectric property was also investigated. After 10 h milling and a heat treatment at 1300 °C for 8h, X-ray diffraction analysis revealed $LaSrNiO_{4-\delta}$ single phase, exhibiting tetragonal structure with space group of I4/mmm. This result was confirmed by using the ED pattern for sample using the [001] orientation. The corresponding lattice images show the compound to be well ordered, indicating the absence of stacking faults and the growth of the crystallites. The oxygen stoichiometry of the powder was determined from thermo-gravimetric analysis. Dielectric relaxations of charge-ordered $LaSrNiO_{4-\delta}$ ceramic were investigated in the temperature range 100 - 450 K. A giant dielectric constant ($\varepsilon' \sim 10^5$) with a low dielectric loss of $tg\delta \sim 10^{-2}$ was also found. The corresponding activation energy can be obtained by Vogel–Fulche fitting. The best results were obtained with parameters of activation energy $\frac{Ea}{KB} = 184.5$ K, an effective temperature $T_0 = 88.3$ K and a relaxation time $\tau_0 = 3.12\times10^{-6}$ s.

**Keywords:** Mecanochemical method ; X-ray powder diffraction; $K_2NiF_4$-type structure; Rietveld refinement; Oxygen content; Micro-structure study and dielectric measurements.

# VISCOSITY ARRHENIUS ACTIVATION ENERGY AND DIFFERENT PROPERTIES IN N,N-DIMETHYLACETAMIDE+FORMAMIDE SYSTEMS AT DIFFERENT TEMPERATURES

M. Dallel[a], M. Hichri[b], E.S. Bel Hadj Hmida[c], D. Das[d], M.A. Alkhaldi[e], N. Ouerfelli[a,e].

*[a)] Université de Tunis El Manar, Laboratoire Biophysique et de Technologies Médicales LR13ES04, Institut Supérieur des Technologies Médicales de Tunis, 9 Avenue Dr. Zouhaier Essafi 1006 Tunis, Tunisie.;*
*[b)] Université de Tunis El Manar, Faculté des Sciences de Tunis, LR01SE10, Laboratoire de Thermodynamique Appliquée, Département de Chimie, 2092 Tunis, Tunisie.*
*[c)] Laboratoire de Chimie Analytique et Electrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, 2092 El Manar, Tunisie.*
*[d)] Department of Chemistry, Dinhata College, North Bengal University, Dinhata-736135, Cooch-Behar, West Bengal, India.;*
*[e)] University of Dammam, Department of Chemistry, College of Science, P.O. Box 1982, Dammam 31441, Saudi Arabia.;*

Calculation of excess properties in N,N-dimethylacetamide + formamide binary mixtures over the temperature range (298.15–318.15) K. from experimental density and viscosity values were presented in previous work. Applications of these experimental values to test different correlation equations as well as their corresponding relative functions were also reported. Considering the quasi-equality between the Arrhenius activation energy *Ea* and the enthalpy of activation of viscous flow $\Delta H^*$, here we can define partial molar activation energy $Ea_1$ and $Ea_2$ for N,N-dimethylacetamide and formamide respectively along with their individual contribution separately. Correlation between the two viscosity Arrhenius parameters in all the domains of composition shows the existence of two main distinct behaviors. We add that correlation reveals interesting Arrhenius temperature which is closely related to the vaporization temperature and to the boiling point of pure component in the liquid vapor equilibrium. Among the physicochemical properties of binary liquid mixtures, viscosity is valuable tool for developing theoretical models to understand the liquid state and structure. On the other hand, excess thermodynamic properties and deviations of analogous non-thermodynamic functions of liquid mixtures are fundamental for investigating different types of intermolecular interactions in these mixtures. Hence, the knowledge and prediction of physicochemical and thermophysical properties of binary liquid mixtures is of great importance for understanding and characterization of intermolecular interactions. In the same context, some models attempt to correlate shear viscosity in liquid mixtures to release information on eventual interactions, structure and peculiar behaviors.

**Key words:** Viscosity, Arrhenius activation energy; Arrhenius temperature, boiling temperature.

# DEGRADATION OF CYANURIC ACID BY ELECTROCHEMICAL OXIDATION USING BORON-DOPED DIAMOND ANODE

Sondos Dbira[a], Nasr Bensalah[b], Ahmed Bedoui[a]

*[a)] Department of Chemistry, Faculty of Sciences of Gabes, University of Gabes, Gabes, Tunisia*
*[b)] Department of Chemistry and Earth Sciences, College of Arts and Sciences, Qatar University, Doha, Qatar*

This study aims the removal of cyanuric acid from aqueous solutions by electrochemical oxidation using boron-doped diamond anode (BDD). The influence of certain experimental parameters such as current density, initial pH, concentration of cyanuric acid and supporting electrolyte, on the degradation of cyanuric acid by BDD anodic oxidation has been studied to find out the optimal conditions. In fact this lead to a higher removal of TOC and a formation of a large amounts of nitrate ions. The optimal conditions resulting in the complete mineralization of cynuric acide are the following: Current density: 10 mA $cm^{-2}$, cyanuric acid concentration ranging from 100 to 200 mg/L, Electrolyte: 0.05 M NaCl, pH in the range from 5 to 7, Room temperature (23-25 °C), 300 rpm. These results indicated that contrarily to the other advanced chemical oxidation processes, BDD anodic oxidation process was able to fragment the triazine ring of cyanuric acide into small carboxylic acids which end up to be mineralized into $CO_2$ $H_20$ and nitrogen species. ($NO_3^-$ and $NH_4^+$). This can be explained by the contribution of direct and indirect oxidation paths in the mechanism of degradation of cyanuric acid. This includes: 1) oxidation via hydroxyl radicals electrogenerated from water discharge on the surface of BDD anode, 2) direct oxidation of cyanuric acid and its intermediates on the surface of BDD anode, and 3) mediated oxidation with chlorine species electrogenerated from anodic oxidation of chloride ions.

**Key words:** cyanuric acid; electrochemical oxidation; boron-doped diamond anode (BDD) ; ionic chromatograph ; TOC ; TKN

# Etude de recyclage du laitier de haut fourneau dans la fabrication du ciment Portland

DBOUBA Hassen; LAABIDI Ramzi; EL OUAFI Salem

*Institut Supérieur des Etudes technologiques de Zaghouan*
*& Cimenterie jbel Oust*
hassen112002@yahoo.fr, laabidi.ramzi@yahoo.fr, salemelouafi@yahoo.fr

Ce travail s'inscrit dans le cadre d'une coopération entre l'ISET de Zaghouan et la Cimenterie de Jbel Oust (CJO).

On se propose d'une part d'examiner la possibilité de recycler le laitier et de le considérer comme source de matière première secondaire dans la production de ciment et d'autre part d'optimiser sa dose ajoutée au niveau de clinker.

**1ière étape :** Justification de choix de laitier

Les analyses chimiques (Tableau1) effectuées sur le laitier montrent bien que la composition de ce dernier est très proche de celle du clinker de ciment Portland.

**Tableau n°1 :** Analyse chimique de laitier utilisé au sein de la de CJO

| **Constituants** | **%** |
|---|---|
| CaO | 33,40 |
| $SiO_2$ | 29,63 |
| $Al_2O_3$ | 7,35 |
| MgO | 4,43 |
| $Na_2O + K_2O$ | 0,42 |

**2ième étape :** optimisation de la dose de laitier ajoutée au niveau de clinker.

On a préparé une série de mélanges de cru à différente composition de laitier, en suite, on a étudié l'effet de ces ajouts sur la qualité chimique de cru.

| | **Ajout du laitier dans le broyeur cru avec conservation d'objectif de KST, MS et AM** | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Cru0 | Cru1 | Cru2 | Cru3 | Cru4 | Cru5 | Cru6 | Cru7 |
| % laitier | 0% | 1% | 2% | 3% | 4% | 5% | 8% | 10% |

En effet, les paramètres essentiels pour valider une composition de cru sont:

- Alite « $C_3S$ »,
- Perte au feu,
- Chaux libre
- Indice d'aptitude de cuisson « IAC ».

Les essais expérimentaux montrent que les résultats obtenus avec l'échantillon 8% laitier sont plus conformes aux principaux paramètres physico-chimiques du ciment. Par conséquent, cet échantillon peut être transposé par la suite aux essais industrielles.

# ETUDE PAR UPLC-DAD ET UPLC-MS/MS DE LA STABILITE DU TRANDOLAPRIL

M. Dendeni[a*], N. Cimetiere[b, c], A. Amrane[b, c], N. Ben Hamida[a]

*[a]Laboratoire de Chimie Analytique et Electrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire 2092 Tunis El Manar, Tunisie*
*[b]Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Rennes, CNRS, UMR 6226, Av. du Général Leclerc, CS 50837, 35708 Rennes Cedex 7, France*
*[c]Université européenne de Bretagne, 35000 Rennes, France*

Plusieurs autorités règlementaires comme la Conférence Internationale sur l'Harmonisation (ICH), l'Agence Fédérale Américaine des Produits Alimentaires et Médicamenteux (U.S. FDA) et Santé Canada (HC) exigent des études de la stabilité des médicaments et l'identification de leurs impuretés. Ces études ont été considérées comme étant un processus essentiel pour l'évaluation de la stabilité des substances ou des produits médicamenteux sous les conditions de stress tels que l'hydrolyse, l'humidité, la lumière, la température...

L'évaluation de l'oxydation des substances et des produits médicamenteux constitue également une partie intégrale des essais sous contraintes. Cette étude a été réalisée conformément à la directive Q1B de l'ICH.

Dans ce cadre s'inscrit notre travail qui s'intéresse en particulier à l'étude de l'oxydation du Trandolapril. Cette dernière consiste au développement d'une nouvelle méthode chromatographique par UPLC-DAD et UPLC/MS/MS afin de mettre en évidence les produits de dégradation formés et prévoir les différentes voies de dégradation. Cette méthode implique l'utilisation d'une colonne BEH Acquity C18 (100 x 2,1 mm, 1,7 mm, Waters) thermostatée à 45°C et une phase mobile constituée par un mélange ACN-tampon acétate (10 mM, pH 6,82) à un débit d'élution de 0,45 mL/min et une longueur d'onde de détection de 211 nm.

Grâce à cette méthode, une étude cinétique et thermodynamique de la dégradation du Trandolapril en milieu oxydant a été réalisée.

**Mots clés :** Trandolapril, oxydation, UPLC/MS/MS, produits de dégradation.

# Synthesis and Electrochemical Study of unsymmetrical tetradentate Ni(II)-Schiff base complex Application to the electro-oxidation of methanol

. Wassila DERAFA[a], Ali OURARI[a].

[a]*Laboratoire d'Electrochimie, d'Ingénierie Moléculaire et de Catalyse Rédox (LEIMCR), Faculté de Technologie, Université Farhat ABBAS, Sétif 19000.*
Soussou.derafa@yahoo.fr

The typical electrodeposition process reported for nickel compounds was first investigated by Milczarek using a Ni(II) tetrakis(3-methoxy-4-hydroxyphenyl) porphyrin as monomer to perform its polymer films. The resulting conductive films were used for the electrocatalytic oxidation of methanol and its analogs aliphatic alcohols [1,2].

The electrochemical study of the unsymmetrical tetradentate Ni(II)-Schiff base complex as $[Ni(II)\text{-}L_pyridine]^{+}2Cl^{-}$ (**1**) was performed by cyclic voltammetry technique. The results showed that, under certain conditions, this complex is easily polymerized on the electrode surfaces of vitreous carbon and indium tin oxide (ITO). These electrochemical modification on these surfaces, yielding poly(**1**) showing the characteristic Ni(II)/Ni(III) redox system. Also, the voltamogramms showed that the methanol molecules were electrooxidized at the catalytic sites of Ni(II) which are dispersed on the polymeric film, electrodeposited on glassy carbon electrode. The mechanism of methanol oxidation changes from diffusion control at low concentration to a catalytic reaction at higher methanol concentration. The effects of both scan rate and methanol concentration on the anodic peak height of the methanol oxidation were discussed.

**Key words:** Unsymmetrical tetradentate Ni(II)-Schiff base complex, Polymer films, Modified electrode, Electrocatalytic oxidation of methanol, Electrocatalysis.

**References**

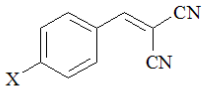
[1]. Ciszewski, A. and G. Milczarek (1996). *J. Electroanal. Chem*., **413**, 137–142.
[2]. Ciszewski, A. and G. Milczarek (1997). *J. Electroanal. Chem.* **426**, 125–130.

# REACTIVITE DES OLEFINES ACTIVEES ET QUANTIFICATION DE L'EFFET DE RESONANCE

Nejeh DHAHRI[a], Taoufik BOUBAKER[a] et Régis GOUMONT[b]

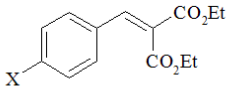
[a]*Laboratoire de Chimie Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivité*
*Faculté des Sciences de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019 Monastir, Tunisie.*
[b]*Laboratoire I.R.E.M, Institut Lavoisier-Franklin*
*Université de Versailles, 45, Avenue des Etats-Unis, 78035 Versailles Cedex, France.*

L'approche de Mayr a été récemment appliquée pour décrire la réactivité électrophile d'une série de benzylidènemalononitriles **1a-e**. Leur insertion dans l'échelle E de Mayr a permis de mettre en évidence de très importants effets de réorganisation structurale et électronique au niveau du site réactionnel lors du passage des oléfines **1a-e** à la série de diéthylbenzylidenemalonates **2a-f** étudiée par Kaumanns et Coll. Nous avons ainsi constaté que la substitution des deux groupes CN par deux motifs $CO_2Et$ se traduit par une diminution d'environ 10,5 unités E. De telles variations de résonance n'ont pas actuellement leurs équivalents dans la chimie des oléfines activées.




**1**

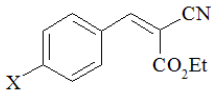
X = Me, Cl, $CF_3$, CN et $NO_2$




**2**

X = $NMe_2$, OMe, Me, H, CN et $NO_2$

Afin de compléter ces études, nous avons étendu nos travaux recherches à la réactivité des oléfines activées par un groupe CN et un groupe $CO_2Et$ **3a-h**. Une comparaison avec les deux séries **1a-e** et **2a-f** nous permettra de confirmer les informations recueillies quant à l'effet de résonance sur le paramètre d'électrophilie E.




**3**

X = $NMe_2$, OMe, Me, H, Cl, $CF_3$, CN et $NO_2$

**Mots clés:** Cinétique, approche de Mayr, oléfine, électrophilie, réorganisation structurale.

---

**Références**

[1] T. Lemek, H. Mayr. *J. Org. Chem*., **2003**, *68*, 6880-6886.
[2] O. Kaumanns, R. Lucius, H. Mayr. *Chem. Eur. J.*, **2008**, *14*, 9675-9682.
[3] N. Dhahri, T. Boubaker, R. Goumont. *J. Phys. Org. Chem*., **2014**, *27*, 484-489.

# ELABORATION ET ETUDES PHYSICO-CHIMIQUES ET STRUCTURALE DU PIPERAZINIUM BIS-IODATE DIHYDRATE

Abdelhamid Chiheb DHIEB[a], Wajda SMIRANI STA[a], Mohamed RZAIGUI[a],

*[a)] Laboratoire de chimie des matériaux, Faculté des sciences de Bizerte, 7021, Tunisie*

Au cours de ces dernières années, les recherches sur les iodates ont suscité un intérêt considérable, tant au niveau fondamental qu'appliqué. L'intérêt porté à ce type de matériaux est tout à fait justifié en raison, d'une part de leur cristallochimie variée et originale en raison de leur aptitude à donner des matériaux non centrosymétrique , d'autre part de leurs propriétés électriques et optiques. A titre de contribution à l'étude de ces matériaux, nous rapportons dans cette communication l'élaboration, l'étude structurale et physico-chimiques du pipérazinium bis-iodate dihydraté $(C_4H_{12}N_2)(IO_3)_2.2H_2O$.

La diffractions des rayons X sur monocristal montre que le composé $(C_4H_{12}N_2)(IO_3)_2.2H_2O$ cristallise dans le système monoclinique de groupe d'espace Pc, les paramètres de maille sont les suivants : a = 8,969(2) Å, b = 6,027(3) Å, c = 11,958(2) Å, β = 108,567(2)°, V = 612,7(3) $Å^3$ et Z = 2.

Dans la structure de cet iodate, les anions $I(1)O_3^-$ et $I(2)O_3^-$ s'associent par des interactions $IO_3^{\cdots}IO_3$ pour former des clusters $I_2O_{10}$ **(Fig.1)**, ces derniers interconnectés par des sommets en oxygènes O(1) et O(6) forment des charpentes minérales parallèles au plan (b, c). De part et d'autre de ces charpentes s'intercalent les cations pipérazinium **(Fig.2)**.

La courbe DSC révèle la présence d'un pic endothermique vers 130°C suivit d'un pic exothermique intense vers 150°C, ces derniers correspondesnt déshydratation suivie de la pyrolyse du produit.

L'étude spectroscopique par absorption infrarouge, montre la présence su groupent anionique $IO_3^-$ et du cation piperazinium.

L'étude par spectrophotométrie UV-Visible révèle une seul bande d'absorption vers 273 nm caractéristique de la transition n-π*de l'anion $IO_3^-$.

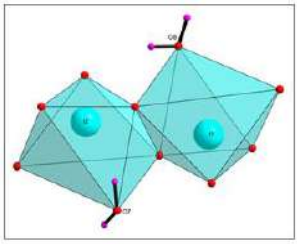


**Fig.1:** Motif d'un cluster $I_2O_{10}$

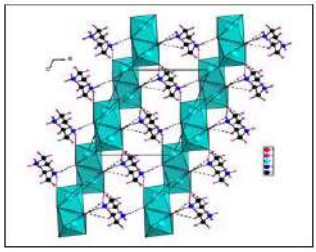


**Fig.2:** Projection de la structure

**Mots clés:** Diffraction des rayons X, spectroscopie infrarouge, DSC, Spectrophotométrie UV-Visible

# The effect of pH and the process of direct or inverse synthesis of silicon-Substituted hydroxyapatite prepared by hydrolysis in aqueous medium

Bochra Dhouib[a], Noureddine Jouini[b], Farah Karmous[b], Ovidiu brinza[b], Fréderic Schoenstein[b], Hafed El Feki[a]

*[a)] Laboratoire des Sciences des Matériaux et d'Environnements, Faculté des Sciences de Sfax, B.P. n° 802 - 3000 Sfax, Tunisie*
*[b)] Laboratoire des Sciences des Procédés et des Matériaux, CNRS-UPR 9001, Université Paris 13, PRES Sorbonne Paris Cité, 93430 Villetaneuse, France*

Nanosized hydroxyapatite with silicon substitution $Ca_{10}(PO_4)_{6-x}(SiO_4)_x(OH)_{2-x}\square_x$ ($0 \leq x \leq 2$) of same silicon concentrations, variation of pH and the method of inverse and direct synthesis were successfully prepared first time by the theoretical maximum of incorporation of Si into the hexagonal apatite structure by precipitation method aqueous. The effects of the Si substitution on crystallite size, particle size and morphology of the powders were investigated. The crystalline phase, microstructure, morphology and particle size of hydroxyapatite and silicon substituted hydroxyapatites were characterized by X-ray diffraction (XRD), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), scanning electron microscopy (SEM), EDX coupled with SEM and transmission electron microscopy (TEM).

The samples were successfully synthesized as a single-phase apatite, and crystallization of apatite was enhanced during heating. The results obtained in this study show that the kinetics between different direct and inverse process showed different reactivities, in the presence of varying pH. Compared with the two methods, the inverse method have higher kinetic in the formation of hydroxyapatite silicate because of the difference in lattice parameters. The grain size of Si-HA samples is clearly finer than that of pure HA sample and this decreases with increasing Si content. The growth of HA nanorods with temperature can be described by "oriented attachment". According to this theory the adjacent HA crystallites would coalesce in one particular direction on the (1 1 0) high energy planes, creating templates to form elongated rod-like structure. Fourier Transform Infrared Spectroscopy analysis reveals, the silicon incorporation to hydroxyapatite lattice occurs via substitution of silicate groups for phosphate groups. Substitution of phosphate group by silicate in the apatite structure results in an increase in the lattice parameters in both a-axis and c-axis of the unit cell.

**Keywords**
Silicon-substituted hydroxyapatite; precipitation aqueous ; Morphology; pH

# Bio-inspired heterogeneous catalysts for $CO_2$ activation

Hanene DOGHRI[a], Belén Albela[b], Laurent Bonneviot[b], Mongia SAID ZINA[a].

[a] *Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, Tunis 2092, Tunisia*
[b] *Laboratoire de chimie, Ecole Normale Supérieure de Lyon UMR-CNRS 5182, Université de Lyon, 46 Allée d'Italie, 69364 Lyon Cedex 07, France*

The conversion of $CO_2$ into valuable chemicals would contribute to reducing its emission into the atmosphere and diminish the dependence of society on fossil fuels. However, as known $CO_2$ molecule is a highly stable nonpolar compound which activation involves high temperature/pressure conditions in order to overcome its thermodynamic stability. Thus, its stability requires the use of heterogeneous catalysts distinguished by their high stability and yet high aptitude to stimulate the $CO_2$ adsorption and then the electron transfer toward it.

In this work, bio-inspired materials based on silica were synthesized following the structural model of carbonic anhydrase, a metalloenzyme that intervene in the breathing mechanism and whose role is to catalyse the $CO_2$ hydrolisis reaction. An analogy between the enzyme active site and the molecular vicinity inside the synthesized catalyst are proposed using mesoporous silica and a partial surface silanol capping to isolate the tridentate polyamine ligand before its complexation by zinc or copper. The molecular vicinty was monitored in a way to mimic the enzymatic cavity.

The structural and textural properties of the different materials were investigated using various techniques. Also, carbon dioxide adsorption behaviors on Zn and Cu catalysts were investigated. Indeed, its adsoption-desoption isotherms were measured to get a better understanding of the phenomena that occur on the surface of silica.

**Key words:** MCM-41, carbon dioxide, bio-inspired catalyst.

## References

[1] Supuran C.T., Scozzafava A., *Bioorg. Med. Chem.*, 15 (2007), pp. 4336-4350.
[2] Notni J., Hikichi S., Schenk S., Gorls H., Breitzke H., Anders E., *Inorg. Chem*.., 47 (2008), pp. 1382-1390.

# Modélisation et Optimisation de la transformation du phosphogypse en fluorure de calcium en utilisant la méthodologie des plans d'expériences

Hajer DOUAHEM*; Halim HAMMI;
Ahmed Hichem HAMZAOUI; Adel M'NIF

*Laboratoire de valorisation des matériaux utiles*
*Centre Nationale de Recherche en Science des matériaux; Technopôle de Borj Cedria*

L'objectif de ce travail est la valorisation d'un déchet industriel: le phosphogypse. Nous avons eu recours à la méthodologie des plans d'expériences pour déterminer les conditions optimales de cette conversion et d'en déduire les modèles mathématiques qui permettent de prévoir les différentes réponses du produit résultant.

Le plan le plus convenable à cette étude est le plan de type composite qui est un plan à surfaces de réponse. Dans une étude préliminaire on a pu déterminer les facteurs les plus influents (quatre facteurs) qui sont : la température, le temps de réaction, le rapport molaire KF/gypse et la vitesse d'agitation ainsi que le domaine de variation le plus convenable pour chaque facteur.

Plusieurs techniques physico-chimiques ont été utilisées pour mettre en évidence cette réaction, à savoir la gravimétrie, ionométrie, absorption atomique, spectroscopie d'émission et diffraction des rayons X.

**Mots-clés :** phosphogypse, fluorure de potassium, optimum, plans d'expériences

# SYNTHESIS, CRYSTAL STRUCTURE AND CHARACTERIZATION OF A NEW CHROMIUM COMPLEX $(C_5H_9N_2)[Cr(C_2O_4)_2(H_2O)_2].3H_2O$

Dridi Rihab, Cherni Saoussen, Zid Mohamed Faouzi

*Laboratoire de Matériaux et Cristallochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, 2092 El Manar, Tunis, Tunisie*

Recently, hybrid organic-inorganic salts have played an important role in the development of transition metals by their potential applications as functional materials in fields such as catalysis, conductivity and magnetism.

In this context we have focused our work on the synthesis and the characterization of a new compound of formula $(C_5H_9N_2)[Cr(C_2O_4)_2(H_2O)_2].3H_2O$, 3,5-dimethylpyrazole Cis-diaquadioxalatochromate(III) trihydrate. This compound crystallizes in the monoclinic $P2_1/c$ space group with **a** = 16.278(6) Å, **b** = 7.107(5) Å, **c** = 17.692(6)Å and β = 119.92(2)°.

The resolution of the structure leads after several cycles of refinement followed by some Fourier-Differences to reliability factors R(F) = 4.76% and $wR(F^2)$ = 13.61% .

The structure of $(C_5H_9N_2)[Cr(C_2O_4)_2(H_2O)_2].3H_2O$ consists of $[Cr(ox)_2(H_2O)_2]^{2-}$ anion, one $(C_5H_9N_2)^+$ cation and three uncoordinated water molecule.

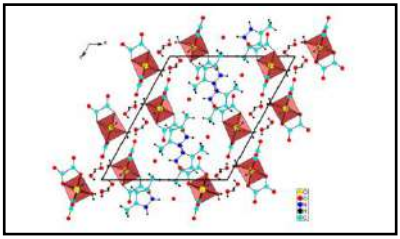


**Figure 1:** Projection of the $(C_5H_9N_2)[Cr(C_2O_4)_2(H_2O)_2].3H_2O$ structure along the *b* axis

The projection of the structure on the (100) plane shows that it can be described as a succession of two anionic layers formed from the complex $[Cr(C_2O_4)_2(H_2O)_2]^-$ and free water molecules between which organic cations $(C_5H_9N_2)^+$ are intercalated.

The cohesion of the structure is ensured by O_H...O and N_H..O strong hydrogen bonds [1, 2] leading to a three-dimensional framework. The structure was characterized by various experimental techniques including IR, UV–visible spectroscopies and X-ray powder diffraction.

**Keywords:** chromium(III) complexes, Crystal structure, thermal properties, visible and ultraviolet spectrometers.

## References

[1] Blessing, R. H. (1986). Acta Cryst. B42, 613–621.
[2] Brown, I. D. (1976). Acta Cryst. A32, 24–31.

# Nouveaux complexes allyle cationiques du palladium à ligands bis(iminopyridine)hydrazine: synthèse et caractérisation

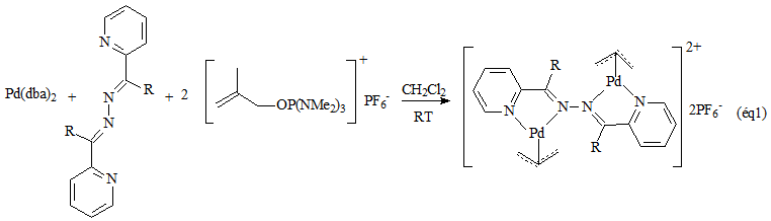
Sana Dridi,[a] Ali Mechria,[a] Moncef Msaddek,[a]

[a)] *Laboratoire de chimie hétérocyclique, Produits Naturel et réactivité.*
*Faculté des sciences de Monastir, 5000 Monastir, Tunisia*
E-Mail: moncef.msaddek@fsm.rnu.tn

Dans ce travail, nous avons mis au point une voie de synthèse en une seule étape de nouveaux complexes allyle cationiques du palladium par action du ligand bis(iminopyridine)hydrazine sur le $Pd(dba)_2$ en présence du sel d'allyloxyphosphonium. La réaction est réalisée dans des solvants aprotiques à température ambiante avec des rendements élevés.

L'accès aux ligands bis(iminopyridine)hydrazine, se fait par voie classique de condensation d'une pyridine-2-carboxaldéhyde ou 2-acétylpyridine avec l'hydrate d'hydrazine.

Cette méthode de synthèse consiste en une addition oxydante du sel d'allyloxyphosphonium sur des composés zérovalents de palladium préformés (Schéma 1).




R = H , $CH_3$

Les complexes ainsi obtenus ont été caractérisés par spectroscopie RMN et par IR.

**Mots clefs:** bis(iminopyridine)hydrate

**Références :**
[1] S. P. Netalkar, *Catal Lett*. **2014**, *144*, 181-191.
[2] A. Mechria, *Tetrahedron Lett.* **2000**, *41*, 7199-7202.

# ETUDE DE L'EFFET DES PARAMETRES DE FORMULATION SUR L'OXYDATION DES EMULSIONS INVERSES

Wafa DRIDI[a,b], Wafa ESSAFI[a], Mohamed GARGOURI[b], Fernando LEAL CALDERON[c] et Maud CANSELL[c]

*[a)] INRAP, Pôle Technologique de Sidi Thabet, Tunisie*
*[b)] INSAT, Centre Urbain Nord BP 676, 1080 Tunis Cedex, Tunisie*
*[c)] Bordeaux INP, CBMN, UMR 5248 CNRS, Université de Bordeaux, IPB, Pessac, France*

L'enrichissement des produits alimentaires en acides gras polyinsaturés (AGPI) constitue une réponse aux apports alimentaires insuffisants qui sont actuellement observés chez la population. Cependant, ceci expose ces formulations au phénomène de l'oxydation qui a lieu au cours de la transformation et/ou de la conservation des produits alimentaires et qui représente un problème récurrent dans l'industrie alimentaire. En plus de son impact délétère sur la qualité nutritionnelle de l'aliment, ce phénomène altère les propriétés fonctionnelles et sensorielles [1]. La maîtrise de l'oxydation est donc l'un des défis importants à relever afin de contrôler la qualité des produits. Plusieurs formulations alimentaires sont à base d'émulsions qui peuvent être directes, de type huile-dans-eau, ou inverses, de type eau-dans-huile.

Ce travail est consacré à l'étude de l'effet de divers paramètres physicochimiques de formulation sur l'oxydation des émulsions inverses, sachant que des études récentes ont été réalisées essentiellement sur des émulsions directes [2].

L'analyse des produits primaires de l'oxydation par spectrométrie UV à 233 nm montre que la composition de la fraction aqueuse de l'émulsion inverse est un facteur clé dans le développement de l'oxydation. En effet, la phase aqueuse peut contenir des espèces pro-oxydantes ou anti-oxydantes qui accélèrent ou ralentissent ce phénomène. Par contre, la composition en tensioactifs lipophiles affecté la stabilité de l'émulsion mais n'influence pas la cinétique d'oxydation des lipides émulsionnés.

La suite de ce travail nous permettra de bien comprendre les phénomènes d'oxydation des lipides émulsionnés, de déterminer son mécanisme et de dégager des recommandations en matière de formulation des produits alimentaires.

**Mots-clés:** émulsion, huile, oxydation, diènes, tensioactif.

## Références

[1] Berton, C., Ropers, M.H., Viau, M., Genot, C. "Contribution of the interfacial layer to the protection of emulsified lipids against oxidation", Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2011, 59, (9), 5052-5061.

[2] Monica Mosca, Francesca Cuomo, Francesco Lopez, Andrea Ceglie. "Role of emulsifier layer, antioxidants and radical initiators in the oxidation of olive oil-in-water emulsions", Food Research International 50 (2013) 377–383.

# Tentatives de corrélations entre les paramètres α et Q du CPE (Constant Phase Element) et l'hétérogénéité physicochimique dans les électrolytes solides

Hana El Khal [a], Samuel Georges [b] et Narjés Batis [a]

*a : Catalyse, Electrochimie, Nanomatériaux et leurs Applications et Didactique, Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie -Tunisie*
*b : Laboratoire d'Electrochimie et de Physicochimie des Matériaux et des Interfaces (LEPMI), Institut Polytechnique de Grenoble- France*

Dans le contexte général du développement d'énergies diversifiées, les piles à combustible apparaissent comme une technologie prometteuse et répondent à la volonté d'utiliser des énergies compatibles avec l'environnement. Cependant, la température de fonctionnement de ces systèmes est très élevée (800°C-1000°C). Une diminution de cette gamme de température de fonctionnement dans un domaine compris entre 600°C et 800°C, sans altération des performances de la pile SOFC, est un des buts recherchés.

Ce travail repose en premier lieu sur l'ajustement précis des conditions de synthèse, de frittage et de mise en forme pour obtenir des céramiques à caractéristiques physicochimiques hétérogènes contrôlées.

En second lieu, la caractérisation électrique par spectroscopie d'impédance complexe et l'analyse des données expérimentales par la méthode des circuits équivalents permettra d'étudier la corrélation entre hétérogénéités physicochimiques et paramètres du CPE. Ce dernier s'écrit sous la forme suivante:

$$\boldsymbol{Z_{CPE}(w) = \frac{1}{Q(jw)^{\alpha}}}$$

**Mots clés :** Electrolytes solides, hétérogénéité physicochimique, spectroscopie d'impédance complexe, CPE, circuit équivalent.

# ISOLATION OF AN ORGANIC PRODUCT FROM THE BUTANOLIC EXTRACT OF THE PEELS OF *CITRUS PARADISI DUNCAN*

Emna El Kout[a], Mejda El Kateb [b], Ahmed Snoussi[c], Nabiha Bouzouita[c]

*[a)] Laboratoire de Chimie Organique Structurale et Macromoleculaire, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, Manar 2, 2092 Tunis, Tunisie*
*[b)] Institut Supérieur des Etudes Préparatoire en Biologie Géologie 49 Avenue «13 Août » Choutrana II - 2036 Soukra*
*[c)] Laboratoire de valorisation des composés naturels d'origine végétale (ESIAT)*
koutemna@gmail.com

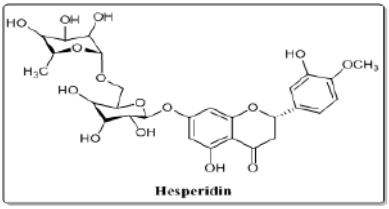
The species *Citrus paradisi* is one of the most important aromatic and medicinal plants in the world characterized by the wealth of its peels in flavonoids [1,2].

To our knowledge, the variety *Citrus paradisi Duncan* that we studied wasn't the object of any exhaustive phytochemical study.

In this present work, we suggested to identify compounds contained in the peels of the Tunisian grapefruit arised from Menzel Bouzelfa.

A first extraction of these peels was realized by maceration in ethanol 80% followed by a liquid-liquid fractionation by solvents with increasing polarity.

The identification of the majority compound: Hesperidin from the butanolic extract was made by RMN $^{1}H$ and $^{13}C$.



**Hesperidin**

This compound is endowed with an important antioxidant activity similar to the BHT (Buthylated hydroxytoluene): a reference antioxidant.

**Keywords:** *Citrus paradisi Duncan*, antioxidant activities, BHT.

## References

[1] Hee-Chul Ko, Mi-Gyeong Jang, Chang-Hee Kang, Nam-Ho Lee, Seong-Il Kang, Sun-Ryung Lee Deok-Bae Park, Se-Jae Kim, *Food Chemistry*, 2010, 123 484–488.

[2] Dalia Hamdan, Mahmoud Zaki El-Readi, Ahmad Tahrani, Florian Herrmann, Dorothea Kaufmann, Nawal Farrag, Assem El-Shazly, Michael Wink, *Food Chemistry*, 2011, 127 394–403.

# Synthesis and coordinative properties of upper-rim thiophosphorylatedcalix[4]arenes

Fethi ELAIEB,[a,b] David SEMERIL,[b] Ahmed HEDHLI,[a] Dominique MATT[b]

[a]*Laboratory of Molecular Organic Chemistry, 5 Avenue Taha Hussein, Montfleury, ENSIT, University of Tunis, Tunisia*
[b]*Laboratory of Molecular Inorganic Chemistry and Catalysis, UMR 7177, Institute of Chemistry, University of Strasbourg, 1 rue Blaise Pascal, 67008 Strasbourg cedex, France*
elaieb.fethi@gmail.com

Generic*p*-R-calix[4]arenes are cyclic tetramers in which four phenolic rings are linked by methylene bridges. They belong to the class of cavitands known in host-guest chemistry. Calixarenes are useful platforms for the preparation of sophisticated, multitopic ligands based on a hydrophobic cavity.

We report herein the synthesis of three new conical calix[4]arenes (**1**-**3**), in which the upper rimis equipped with one or two P(S)$Ph_2$substituents (Figure 1).

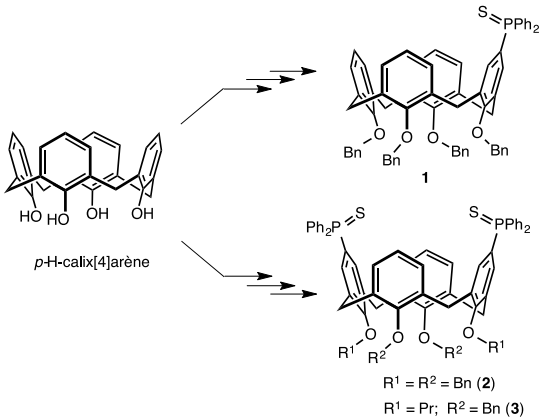



**Figure 1:** Thiophosphorylatedcalix[4]arenes **1**-**3**

Phosphine sulfide **1** reacts quantitatively with [AuCl(THT)] (THT = tetrahydrothiophene) to afford the cationicbis-calixarene complex [Au(**1**)$_2$]Cl (**4**).

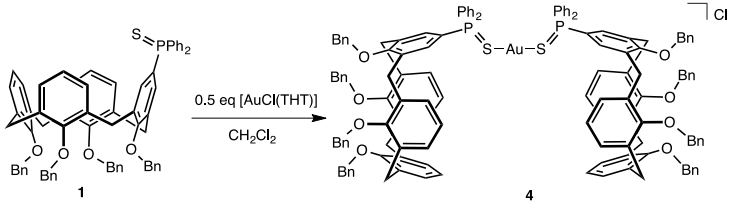



**Figure 2:** Synthesis of bis-calixarene complex [Au(**1**)$_2$]Cl (**4**)

# TUNISIAN HENNA AS POLYPHENOL SOURCE: EXPERIMENTAL AND FUNDAMENTAL ANALYSIS OF TEXTURING-ASSISTED INTENSIFIED SOLVENT EXTRACTION

Khaoula Elaydi[a], Ibtisam Kamal[b], Ahmed Bedoui[a] and Karim Allaf [c]

*[a)] University of Gabes; Faculty of Sciences, Erriadh City, 6072 Gabes, Tunisia*
*[b)] Soran University; Faculty of Science and Engineering, Soran-Erbil, Kurdistan Region, Iraq*
*[c)] University of La Rochelle; Laboratory of Engineering Science for Environment LaSIE -UMR-CNRS 7356; Avenue Michel Crepeau, 17042 La Rochelle cedex 01, France*

Lawsonia inermis (Henna) is supposed to be very effective in the treatment of numerous diseases thanks to the bioactivity of its antioxidant molecules. However, its polyphenol and tannin molecules are not getting their real commercialization value since their extraction methods are not perfectly defined and their antioxidant capacity are not quantified. In the present work, the process of extraction of active molecules (phenols, flavonoids, and tannins) from Tunisian Henna was studied. This study allowed defining pure methanol as the best solvent for the total phenol extraction. The extraction operating parameters for temperature and time were optimized using a specific 2-parameter 5-level composite experimental design at 47.5 °C and 75 min, respectively. Then, the impact of instant controlled pressure drop DIC as expansion pretreatment operation was identified at various operating conditions. Preliminary experiences presented the saturated steam pressure and treatment time as the most important independent variables, and their ranges were estimated. Thus, a 2-parameter 5-level composite experimental design was carried out to optimize the operating conditions able to obtain the highest yields of total phenol, total flavonoid, and condensed tannin contents of the crude extracts, selected as the main response parameters (dependent variables). Thus, the results confirmed that both DIC operating parameters were significant. At optimized DIC conditions, the yield of the total flavonoids extracted was 28.43 instead of 16.96 mg Catechin E/g db for the untreated raw material. The overall findings proved the great capability of DIC to increase the extractability of total flavonoids from Henna leaves.

**Key words:** Lawsonia inermis (Henna), Solvent Extraction, Response Surface Methodology, and Instant controlled Pressure Drop (DIC).

# ETUDE DE L'EFFET DE L'AJOUT DE *L'OPUNTIA FICUS* INDICA ET DE NOYAUX DE DATTES SUR LES PROPRIETES D'UN CIMENT PORTLAND

Chiraz ELAZIZI RIAHI[a]; Halim HAMMI[a]; Hatem MAJDOUB[b]; Adel M'NIF[a]

*a : Laboratoire de Valorisation des Matériaux Utiles*
*Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux; Technopole Borj Cedria.*
*B.P.73–8027.Soliman. TUNISIE*
*b : Laboratoire des Interfaces et des Matériaux Avancés. Faculté des sciences de Monastir.*
*Université de Monastir*

La recherche d'un liant moins coûteux en utilisant des déchets industrielles (laitier, cendre volante) ou de ressources naturelles (biomasse végétale) est devenue une préoccupation majeure pour pallier le déficit dans la fabrication du ciment Portland. Ce travail experimental a porté sur l'utilisation de la biomasse végétale abondante en Tunisie.

A cet effet nous avons étudié l'effet de la biomasse naturelle de *l'Opuntia Ficus Indica* communément appelé Figuier de barbarie et celle des noyaux de dattes sur les résistances mécaniques du ciment Portland.

Les expériences, effectuées selon un plan d'expérience factoriel complet $2^2$ en variant deux facteurs à savoir le pourcentage d'ajout de l'additif et sa granulométrie, ensuite nous avons analysé les résultats afin de comparer les deux mortiers avec ajout de la biomasse naturelle de pourcentage entre 1 et 4 % et le mortier avec ciment seul.

L'étude a montré une amélioration nette des propriétés mécaniques des mortiers de 1% d'ajout aussi bien pour l'Opuntia Ficus Indica que pour les noyaux de dattes par rapport au mortier sans ajout.

A la lumière de ces résultats, nous envisageons d'étudier les propriétés physico-chimiques des deux biomasses utilisées afin de leurs conférer des propriétés pouzzolaniques.

**Mots-clés :** mortier, résistance mécanique, pouzzolane naturelle.

# ENRECHISSEMENT DE PHOSPHATE NATUREL PAR CALCINATION

Sarra EL GHARBI, Karima HORCHANI-NAIFER, Mokhtar FéRID

*Laboratoire de Physico-Chimie des Matériaux Minéraux et leurs Applications*
*Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux, technopole Borj-cedria*
*BP. 73-8027 Soliman-Tunisie.*

Le phosphate naturel de gisement de Ras Dhraa est une phospharénite grisatre, dure et riche en matière organique. Il est composé principalement de fluorapatite carbonaté appelé francolite et des impuretés de la guange. La calcination de ce minerai permet une augmentation de la teneur en $P_2O_5$ et de minimiser certains impuretés. Il a été constaté que $P_2O_5$ a augmenté de 29,58% à 33,07% après calcination à 950°C pendant 30 min. L'analyse qualitative de phosphate calciné montre des changements significatifs au niveau de composition ainsi que la morphologie.

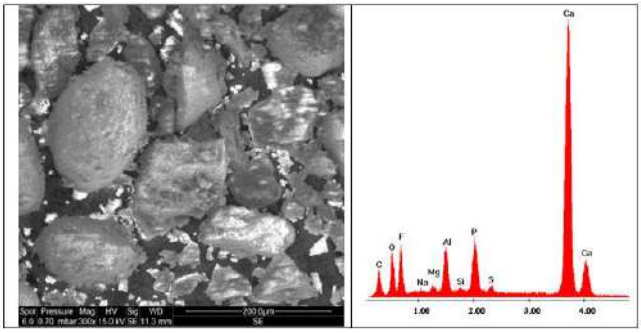



**Figure1:** Observation morphologique et analyse EDAX de phosphate calciné à 900°C

**Key words:** Phosphate; Calcination; composition

# RUMEX ROSEUS: TOTAL PHENOLIC CONTENT, FLAVONOIDS, DPPH RADICAL SCAVENGING ACTIVITY AND BIOINHIBITION OF CORROSION

Sadok ENNAIFER [a,b], Hiba BOUZIDI [b], Riadh KSOURI [b], Khaled ALOUANI [a]

*(a) Laboratoire de chimie analytique et électrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire 2092 El Manar- Tunis- Tunisie.*
*(b) Laboratoire des plantes Extrêmophiles, Centre de Biotechnologie de Borj-Cédria (CBBC), BP 901, 2050 Hammam-lif, Tunisie.*

Medicinal plants represent a very rich and renewable source of natural antioxidants, application of which in cosmetic and pharmaceutical domains is very promising and in full development. It is in this context that our choice turned towards *Rumex roseus*, a not yet investigated medicinal plant grown in Tunisia.
Ethanolic extract of *Rumex roseus* L. (Leaves and Stems) was analyzed for its phenolic content and flavonoids, measured according to Dewanto et al. (2002) [1]. The DPPH (2, 2- diphenyl-1-picrylhydrazyl) assay was done using the method of Hanato et al. (1988) [2].
The results showed that the total phenolic content was found to be 320,42 mg EAG/g DW and the total flavonoids consisted of 122,33 mg EC/g DW. According to the antioxidant capacity test, DPPH activity was measured and the result expressed as % radical scavenging activity.
A comparison with other plants known for their important antioxidant activity, such as *Tamarix gallica* [3] and *Rumex crispus* [4], showed clearly that our plant *Rumex roseus* is a very promising source of powerful antioxidants.
The ethanolic extract of plant considered was obtained by Soxhlet, having using methanol as solvent of extraction and analysed by LC-MS. A high correlation between antioxydant capacities and their total phenolic contents indicated that phenolic compounds were a major contributor of antioxidant activity of this plant.
Another interesting investigated property of our plant extracts, is the bioinhibition of corrosion [5, 6].

**Key words:** Antioxidant activity, DPPH, HPLC, *Rumex roseus*, Corrosion bioinhibition.

## References

[1] V.X. Dewanto, K. Wu, K. Adom, R.H. Liu, Thermal processing enhances the nutritional value of tomatoes by increasing total antioxidant activity. Journal of Agriculture and Food Chemistry, 2002, 50, 3010-3014.
[2] H. Hanato, T. Kagawa, J. Yasuhara, T. Okuda, Two new flavonoids and other constituents in licorice root: their relative astringency and radical scavenging effect. Chemical and Pharmaceutical Bulletin, 1988, 36, 1090-1097.
[3] R. Ksouri, H. Falleh, Antioxidant and antimicrobial activities of the edible medicinal halophyte *Tamarix gallica* L. and related polyphenolic constituents. Food and Chemical Toxicology, 2009, 47, 2083-2091.
[4] S. Shiwani, N.K. Singh, M.H. Wang. Carbohydrase inhibition and anti-cancerous and free radical scavenging properties along with DNA and protein protection ability of methanolic root extracts of Rumex crispus. Nutr Res Pract, 2012, 6, 389-95.
[5] O.K. Abiola, J. O. E. Otaigbe, O. J. Kio. *Corros. Sci.* 2009, 51, 1879-1881.
[6] A.Y. El-Etre, Khillah. *Appl Surf Sci.* 2006, 252, 8521.

# PREPARATION ET CARACTERISATION DES CATALYSEURS CHIRAUX A BASE DE TITANE ET LEURS APPLICATIONS DANS DES REACTIONS D'OXYDATION ENANTIOSELECTIVE

Marwa Fadhli, Ilyes Khedher et Zouhaier Ksibi

*Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Département de Chimie, Université de Tunis El Manar, Faculté de Sciences de Tunis*

Un grand nombre de fonctions biologiques et physiques reposent sur la reconnaissance moléculaire générée par la chiralité. En effet, les molécules pour la pharmacie, l'agrochimie ou les parfums sont de plus en plus développées sous forme d'un unique énantiomère. Ainsi la synthèse des produits énantiomériquement purs est devenue l'un des enjeux majeurs de la chimie.

L'objectif principal de ce travail est d'étudier la réactivité de l'alcoxyde de titane ($Ti(OiPr)_4$) avec une silice de type MCM41 calcinée auparavant à températures différentes. La modification chirale de ces catalyseurs se fait par l'ajout de diéthyl tartrate et de l'acide tartrique comme ligands chiraux.

Le présent travail démontre ainsi que la silice mésoporeuse de type MCM-41 contenant des espèces de titane bien dispersées dans les canaux peut être synthétisée par greffage, tout en gardant la structure hexagonale de MCM41. En fait, la caractérisation spectroscopique, structurale (FTIR, DRX, BET) et les analyses élémentaires montrent que, pour une silice calcinée, la densité des groupements silanols disponibles à la surface est en faveur de la formation, surtout, des complexes de titane mono et bi-greffé. Le changement de la densité des groupes silanols disponibles à la surface de la silice constitue, donc, un moyen de contrôler le mode d'ancrage des complexes organométalliques sur la surface de la silice.

Ces solides issus de la synthèse, Ti-MCM41_DET Ti-MCM41-AT, ont été testés dans l'oxydation asymétrique du methyl phenyl sulfure (thioanisole) en variant l'oxydant ($H_2O_2$, TBHP, CHP).

L'eau oxygénée $H_2O_2$ donne des bonnes conversions et des % ee remarquables.

# Microwave Assisted Distillation « DAM »: An improved Apparatus for green desalination

Asma Farhat[a], Mehrez Romdhane[a]

[a)] *Unité de recherche Environnement, Catalyse et Analyse des Procédés École nationale d'Ingénieurs de Gabès, 6029 Gabès, Tunisie.*

Microwave Assisted Distillation « DAM » was studied as a green desalination process. This method is a combination of conventional distillation and the microwave irradiation. DAM method was applied and validated for the desalination of salty water obtained from Gabès province (south Tunisia). His study involved the design, feasibility, optimization, kinetics and the physicochemical quality of water obtained. The results have proven that Microwave Assisted Distillation « DAM » is the fastest and most economical.

**Key words:** Water, microwave, distillation, desalination.

# Characterization of *Nitraria retusa*'s stems

Faten Ferhi [a], Satyajit Das[b], Younes Moussaoui [c,d], Elimame Elaloui [a,d] and José Garrido Yanez [d]

*a) Materials, Environment and Energy Laboratory (06/UR/12-01), Science Faculty of Gafsa, University of Gafsa, Tunisia*
*b) Laboratoire des Génies des procédés papetier LGP2 – UMR 5518 – CS 10065 – 38402, St Martin d'Hères, France*
*c) Laboratory of Chemistry of Natural Substances, (UR11ES74), Science Faculty of Sfax, University of Sfax, Tunisia*
*d) Science Faculty of Gafsa, University of Gafsa, Tunisia*
email: ferhifeten@yahoo.fr

*Nitraria retusa* is a prennial shrub that is known locally as Ghardeq. This Plant is widespread in central and south Tunisia. Its exploitation as a source of medicine produces large amounts of residues, which are currently valorised. To the best of our knowledge, there are no complete charactérization of *Nitraria retusa* arial parts available in the literature. Thus, in this work, the morphology, the chemical composition, elemantal analysis and thermogravimetric analysis was determined. This material have a homogeneous aspect with a rough surface and it has several porous fibres. The chemical composition showed that it contains high amount of lignin (26%) and acceptable content of polysaccharide (52%), with a α-cellulose amount of about 41%. The ash content was found to be 6.2 % and It is mainly constituted by K, C, Mg, Na, and Si atoms. Finally, the raw material was characterised by thermogravimetric analysis (TGA) and the TGA cuve displayed three main stages of thermal degradation : the initial drop of weight related to the release of water, the second attributed to the degradation of the lignocellulosic fractions of biomass and the third due to the degradation of remaining lignin.

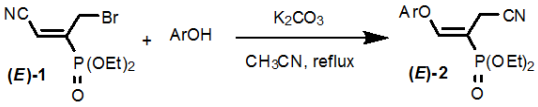
# AN EFFICIENT SYNTHESIS OF NEW ARYL VINYL ETHERS AND DIETHYL 1-[(ALKYL)(CYANO)METHYL]VINYLPHOSPHONATES

Asma Fray, Jihène Ben Kraïem, Hassen Amri

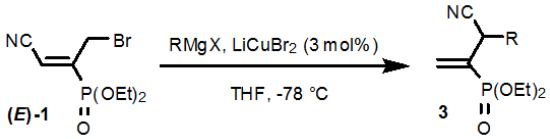
*Department of Chemistry, University of Tunis El Manar, Faculty of Science, Campus, 2092 Tunis, Tunisia*
e-mail: hassen.amri@fst.rnu.tn

Due to their relevance in organic synthesis, the development of novel synthetic methods to prepare polyfunctional allylic bromides [1, 2] remains an active research area. Recently, we have reported on the synthesis of diethyl (*E*)-1-(bromomethyl)-2-cyanovinylphosphonate **1** [3] from diethyl 1-(acethoxymethyl) vinylphosphonate and its application in the synthesis of new vinylphosphonates [3, 4]. As a continuous work, we are interested, in the present paper, in the synthesis of new substituted aryl vinyl ethers **2** and diethyl1-[(alkyl)(cyano)methyl]vinylphosphonates **3**.

Firstly, the *O*-vinylation of various substituted phenols by allyl bromide **1** in the presence of potassium carbonate in refluxing acetonitrile afforded the corresponding *O*-vinyl ethers **2** with good yields.




Secondly, the use of Gilman reagents as organometallic nucleophiles in a coupling reaction with allyl bromide **1** was a promising way to isolate α-alkyl vinyl phosphonate **3**.




**Keywords:** allyl bromide, aryl vinyl ether, Gilman reagents, vinylphosphonate.

## References

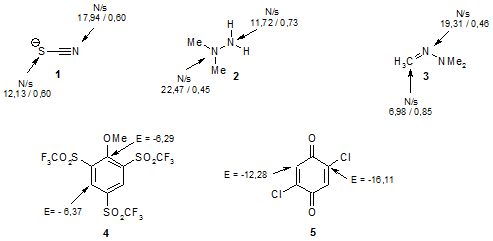
[1] Besbes, R.; Villiéras, J.; Amri, H. *Indian J. Chem*. **1997**, *36B*, 5.
[2] Kraïem, H.; Abdullah, I. M.; J.; Amri, H. *Tetrahedron Lett.* **2003**, *44*, 553.
[3] Fray, A.; Ben Kraïem, J.; Souizi, A.; Amri, H. *Arkivoc* **2012**, *(viii)*, 119–127.
[4] A. Fray, J. Ben Kraïem, H. Amri, *Heteroatom Chem*. **2013**, *24*, 460–465.
[5] A. Fray, J. Ben Kraïem, A. Arfaoui, H. Amri, *Sci. World J.* **2014**, *2014*, Article ID 260325.

# REACTIVITE AMBIDENTE DU 2,4-DINITROTHIOPHENE

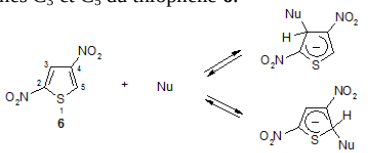
Wahiba GABSI[a], Taoufik BOUBAKER[a] et Régis GOUMONT[b]

[a]*Laboratoire de Chimie Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivité (C.H.P.N.R), Faculté des Sciences de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019 Monastir, Tunisie*.
[b] *Laboratoire I.R.E.M, Institut Lavoisier-Franklin, Université de Versailles, 45, Avenue des Etats-Unis,78035 Versailles Cedex, France*

La grande majorité des travaux réalisés dans le cadre de la réactivité ambidente jusqu'à présent a concerné des nucléophiles comme l'anion thiocyanate **1**, le méthylhydrazine **2** et l'hydrazone **3**. En revanche, les études consacrées à la réactivité des éléctrophiles ambidents restent peu nombreux : seuls quelques cas particuliers comme le triflone **4** et la quinone **5** ont retenu l'attention des chercheurs et ce, en raison de leur aptitude à réagir suivant des processus divers.




Nous rapportons dans ce travail, les résultats cinétiques de la réaction de couplage du 2,4-dinitrotiophène **6** avec divers nucléophiles à 20 °C. Comme nous le verrons en détails, l'application de la relation de Mayr a permis la quantification du paramètre d'électrophilie E des deux centres carbonés $C_3$ et $C_5$ du thiophène **6**.




**Mots clés:** Réactivité ambidente, cinétiques, équation de Mayr, Electrophilie, nucléophilie.

**Références**

[1] R. Loos, S. Kobayashi, H. Mayr. *J. Am..Chem. Soc.* **2003**, 14126- 14132.
[2] T. A. Nigst, J. Ammer, H. Mayr. *Angew. Chem. Int. Ed.* **2012**, *51*, 1353-1356.
[3] B. Naji, K. Troshin, H. Mayr. *Angew.. Chem. Int. Ed*. **2013**, *52*, 1- 6.
[4] N. El Guesmi, T. Boubaker, R. Goumont, F. Terrier. *Chem. Eur. J*. **2009**, *15*, 12018-12029.
[5] X. Guo, H. Zipse, H. Mayr. *J. Am..Chem. Soc*. **2014**, 13863- 13873.
[6] W. Gabsi, T. Boubaker, R. Goumont. *Int. J. Chem. Kin*. **2014**, 00.

# DEGRADATION DU 4-NITROPHENOL PAR LES PROCEDES FENTON ET PHOTO-FENTON

Gaffour Hafida[ab], Mokhtari Malika[a]

*[a)] Laboratoire de Chimie Inorganique et Environnement, Université de Tlemcen, Algérie (gaffourhafida@yahoo.fr)*
*[b)] Unité de Recherche en Energies Renouvelables en Milieu Saharien, Adrar, Algérie*

Une des conséquences de l'impact humain sur ce qui l'entoure est la pollution des eaux issue de l'agriculture et de certaines industries (teintures, produits pharmaceutiques, etc...). [1,2]

Une étude comparative de la dégradation du 4-nitrophénol (qui se forme après la dégradation des produits pharmaceutiques) par les procédés $Fe^{2+}/H_2O_2$, $UV/Fe^{2+}/H_2O_2$ ainsi que l'effet des paramètres affectant l'efficacité de ces procédés d'oxydation avancée tels que le pH, le rapport R= $[H_2O_2]/[4\text{-NP}]$, la concentration du polluant [4-NP] et la quantité du photocatalyseur ($Fe^{2+}$) ajouté au milieu réactionnel a été effectuée.

Les résultats montrent que les meilleurs rendements de dégradation du 4-NP sont trouvés à un pH=4; $Fe^{2+}/H_2O_2$ (84%), $UV/Fe^{2+}/H_2O_2$ (100%), de même ils varient selon la concentration du photocatalyseur utilisé; L'excès de $H_2O_2$ (R=12) provoque une augmentation du rendement de dégradation pour atteindre une élimination totale de la matière organique par le procédé $UV/Fe^{2+}/H_2O_2$ et 84% par le procédé $Fe^{2+}/H_2O_2$. L'augmentation des concentrations du 4-NP à 20 mg/L, 30mg/L implique une diminution des taux de minéralisation du 4-nitrophénol dans les procédés $UV/Fe^{2+}/H_2O_2$ et $Fe^{2+}/H_2O_2$ respectivement.

**Key words:** 4-nitrophénol, UV solaire, POA, Photo-Fenton.

## References

[1] A. Albinet, C. Minero, D. Vione, "UVA irradiation induces direct phototransformation of 2,4-dinitrophenol in surface water samples", *Chemosphere*, Vol. 80, 2010, pp.759-763.

[2] Z.G. Pei, X.Q. Shan, B. Wen, S. Zhang, L. Yan, S.U. Khan, "Effect of copper on the adsorption of p-nitrophenol onto soils", *Environmental Pollution*, Vol. 139, 2006, pp.541-549

# Influence of zirconia addition in $TiO_2$ and $TiO_2$-$CeO_2$ aerogel supports on the textural, structural and catalytic properties of supported vanadia in the chlorobenzene oxidation

Chiraz Gannoun[a,*], Eric M. Gaigneaux[b], Abdelhamid Ghorbel[a]

[a]*Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Faculté des Sciences de Tunis, (Tunisie)*
[b] *Université Catholique de Louvain, Louvain-la-Neuve, (Belgique)*
[*]Email: gannoun.chiraz@gmail.com

$V_2O_5/TiO_2$ constitutes a very important class of catalytic materials resistant against chlorinated volatile organic compounds (Cl-VOCs). These latters are major contributors to air pollution. Titania-ceria mixed oxide is yet another interesting support since $CeO_2$ exhibits excellent redox properties due to its prominent ability of storing and feeding oxygen. However, the capabilities of the redox couple $Ce^{4+}/Ce^{3+}$ are strongly enhanced if other elements are introduced into the $CeO_2$ lattice. Among various elements, the introduction of zirconium has been particularly effective in the enhancement of the redox properties of $CeO_2$ (1). Besides, $TiO_2$-$ZrO_2$ binary oxide has also been reported to exhibit higher surface acidity than pure $TiO_2$ as due to a charge imbalance based on the generation of Ti-O-Zr bonding (2). Thus, motivated by the favorable characteristics of zirconia, we investigate in this study, the direct incorporation of zirconium in $TiO_2$ and $TiO_2$-$CeO_2$ supports prepared by sol-gel route and hope to achieve good activity of supported vanadia in the chlorobenzene oxidation.

$TiO_2$, $TiO_2$-$ZrO_2$, $TiO_2$-$CeO_2$ and $TiO_2$-$CeO_2$-$ZrO_2$ supports were prepared via sol-gel method. To obtain mixed oxides, cerium nitrate and zirconium acetylacetonate were added to titanium isopropoxide according to molar ratios Ce/Ti=0.1 and Zr/Ti =0.1. The gels were transformed into aerogels using supercritical drying process. Catalysts with 2 wt.% of $V_2O_5$ were prepared using impregnation method. They were calcined for 3h at 500°C under $O_2$ flow and characterized by means of $N_2$ physisorption, XRD, $H_2$-TPR and $NH_3$-TPD.

According to $N_2$ physisorption, all catalysts exhibit high surface areas (higher than 110 $m^2/g$) with homogeneous mesoporous distributions. XRD patterns show, in addition to the prominent $TiO_2$ anatase lines, some few broad diffraction lines due to monoclinic $ZrO_2$ or to a mixture of $CeO_2$-$ZrO_2$ oxide phases. Moreover, no vanadia pattern was observed in any of the elaborated catalysts. The incorporation of $ZrO_2$ increases the surface global acidity of the catalysts ($NH_3$-TPD). TPR results suggest that the doping by $ZrO_2$ is observed to slightly inhibit the reduction of vanadium and cerium. Catalytic test results reveal that zirconia containing vanadia-titania sample prepared without ceria had improved catalytic properties in chlorobenzene oxidation in the low temperature range (200-300°C). However, when ceria is present, an enhancement in catalytic performance is observed at the high temperature range (>250°C).

**Key words :** Aerogel, $TiO_2$, $TiO_2$-$ZrO_2$, $TiO_2$-$CeO_2$, $TiO_2$-$CeO_2$-$ZrO_2$ , *vanadia; chlorobenzene oxidation*

# Oxydation du méthane par des espèces de type $Pd^{IV}$-oxo et $Pd^{IV}$-peroxo greffés sur une zéolithe

Anis Gannouni [a], Françoise.delbecq [b], M. Saïd Zina [a], Philippe.Sautet [b].

*[a] Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Faculté des sciences de Tunis, Campus Universitaire, Tunis 2092, Tunisia.*
*[b] Université de Lyon, Institut de Chimie de Lyon, École Normale Supérieure de Lyon, 46 Allée d'Italie, F-69046 Lyon, France.*

La conversion du méthane en méthanol est un défi pour la catalyse et a donné lieu à de nombreux travaux durant les années antérieures. Il y a quelques années seulement, des chercheurs ont trouvé un catalyseur actif dans cette réaction. Il s'agit d'un matériau microporeux de fabrication industrielle, une zéolithe, qui agit dans un milieu aqueux en présence d'eau oxygénée [1].

Nous nous sommes intéressés dans nos travaux à concevoir de nouveaux catalyseurs à base de palladium pour l'oxydation du méthane en méthanol. Notre but est de déterminer le chemin réactionnel de la transformation du méthane en méthanol sur les formes $Pd^{IV}$-oxo et $Pd^{IV}$-peroxo stabilisées sur la silice amorphe caractérisée précédemment [2-3]. Les structures de palladium oxo et peroxo ont été utilisées pour représenter les centres actifs. L'énergie mise en jeu dans chaque réaction élémentaire a été déterminée à partir de calculs théoriques basés sur la théorie de la fonctionnelle de la densité (DFT), et les variations d'entropie ont été déterminées à partir de calculs de la thermodynamique statistique. Les résultats de cette analyse montrent que les espèces $Pd^{IV}$-oxo sont plus actives pour l'oxydation du méthane que les espèces peroxo.

Nous nous sommes focalisés sur l'espèce $Pd^{IV}$-oxo et nous avons caractérisé les états de transition des différentes étapes avec différents états de spin. En effet dans ce type de réactions, nous avons pu montrer un croisement des chemins réactionnels de deux états de spin singulet - triplet. Nous avons montré que le mécanisme de la rupture de la liaison C-H du méthane est radicalaire, alors que le mécanisme de la formation de méthanol est ionique. D'après nos résultats, le site de dépôt 6-MR est plus actif que 8-MR.

**Mots-clés:** Catalyse ; Métal-$O_2$ / zéolithe; oxydation; Etude mécanistique ; DFT.

**References:**

[1] C. Hammond, M. M. Forde, M. H. Ab Rahim, A. Thetford, Q.He, R. L. Jenkins, N. Dimitratos, J. A. Lopez-Sanchez, N. F.Dummer, D.M. Murphy, A. F. Carley, S. H. Taylor, D. J. Willock,E. E. Stangland, J. Kang, H. Hagen, C. J. Kiely, G. J. Hutchings, Angew. Chem.2012, 124, 5219 – 5223; Angew. Chem. Int. Ed. 2012, 51, 5129 – 5133.
[2] A. Gannouni, X. Rozanska, B. Albela, M. Saïd Zina, F. Delbecq, L. Bonneviot, A. Ghorbel, J. Catal. 289 (2012) 227–237.
[3] A. Gannouni, B. Albela, M. Saïd Zina, L. Bonneviot, Applied Catalysis A: General 464– 465 (2013) 116–127.

# SYTHESIS, X-RAY DIFFRACTION INVESTIGATIONS AND SPECTROSCOPIC ANALYSIS OF NEW RARE-EARTH-TITANATE PYROCHLORE –TYPE OXIDES $LnEuTi_2O_7$ (Ln = Gd, Dy)

Ahlem Garbout[a], Mokhtar Férid[a]

[a]*Laboratoire physico-chimique des matériaux minéraux et leurs applications, Centre National des Recherches en Sciences des Matériaux BP No.73, 8027 Soliman,Tunisie.*

Solid solutions of $LnEuTi_2O_7$ pyrochlores oxides in the $Ln_2O_3$–$TiO_2$–$Eu_2O_3$ system were synthesized using solid state reaction.We are presently investigating new phases with Ln = Gd and Dy, including the pyrochlore family $Re_2Ti_2O_7$ (Re = Eu, Gd and Dy).

X-ray powder diffraction (XRD) combined to the Raman analysis measurements were carried out to study the structure evolution of the sample and to determine the crystalline phases present after heat treatment from 1000 to 1200°C.

A well-crystallized single-phased was obtained after calcination at 1200°C. The expected compositions $GdEuTi_2O_7$ and $DyEuTi_2O_7$ were confirmed by energy dispersive spectroscopy (EDAX) and X-ray diffraction (XRD).

FT-IR spectra of the obtained compounds also show the absorption bands corresponding to the pyrochlore structure $A_2B_2O_7$ and give information about the distribution of ions between the A and B sites.

The structures are determined by Rietveld refinement. X-ray powder diffraction results showed that the resulting phases $GdEuTi_2O_7$ and $DyEuTi_2O_7$ crystallize with the pyrochlore type structure, cubic Fd3m space group.

The evolution of cell parameters and interatom ic distances as a function of lanthanide cation size is discussed. The refined cell parameter a, and the positional coordinate, x, for O, were related to the $Ln^{3+}$ ions ($Ln^{3+}$ = $Gd^{3+}$, $Dy^{3+}$) occupying the Re site.

**Key words:** Solid solutions; X-ray powder diffraction; Characterization ; Rare-earth compounds

# Synthesis and physicochemical characterization of substituted bioactive glass

A. Gharbi[a,b], H. Oudadesse[b], H. El Feki[a]

[a] *Laboratoire de Sciences des Matériaux et Environnement, Faculté des Sciences de Sfax, 3018 Sfax, Tunisie*
[b] *Unité Sciences Chimique de Rennes, UMR 6226 CNRS Groupe : Chimie du solide et des matériaux – biomatériaux, Université de Rennes1, 35042, Rennes cedex, France.*

Bioactive glasses present different rates of biodegradation and mechanical properties depending on their chemical compositions.
The first studied composition was pure 46S6, with a wt % composition: 46%$SiO_2$-24%$Na_2O$-24%CaO-6%$P_2O_5$, it was used as reference composition to validate our experimental procedure [1]. In this work 46S6 was substituted by, 1; 10 and 20 wt % of boron according to the melting method. Using DTA, the decrease of the melting temperature of glass is observed; $T_f$=1250 °C for 46S6, and $T_f$ = 1100 °C for the 20 wt % $B_2O_3$- substituted BG-$B_{20}$.
The goal of this study is the control of the bioactivity before and after the substitution of glass by boron with different content. By XRD, the amorphous structure of glasses borosilicate before immersion, and their crystalline structure at the time of the contact bioglass-SBF are detected. By SEM, a change in the pores size and form of the crystals are observed. By FTIR, many modifications in position and intensities of the boron and silicon bands were detected.

**Key words:** Bioactive glasses, biodegradation, boron.

**References:**

[1] E. Dietrich; H. Oudadesse; A. Lucas-Girot; Mr. Mami, "In vitro bioactivity of melt-derived knell 46S6 doped with magnesium ", Journal of Biomedical Materials Research leaves A, 2007,88A, 1087-1096.

# Composite materials from unsaturated polyester resin and olive nuts residue: The effect of silane treatment

Asma Gharbi, Ramzi Bel Hassen, Sami Boufi*

*University of Sfax-Faculty of Sciences of Sfax*
*LMSE BP: 802-3018 Sfax, Tunisia*

Olive nuts flour (ONF) from the solid waste of the olive oil extraction was used as a cost–effective filler to reinforce unsaturated polyester resin matrix composites. Composites with filler loading from 10 to 60 wt% were prepared by compression molding using untreated and γ-mercaptopropyltrimethoxysilane (MRPS)-modified ONF. The evolution of mechanical performance, dynamic mechanical properties, impact properties and water absorbance, were investigated as a function of the filler content. The changes in the mechanical properties as well as the water absorption behavior were shown to be greatly affected by the silane treatment of the filler. A better enhancement in the stiffening effect and a reduction in water absorption were noted when silane treated ONF was used. Evidence of the improvement of the interfacial adhesion following the silane modification was supported by dynamic mechanical analysis (DMA) and SEM observation. These results were explained in terms of the improvement in the interfacial adhesion between the filler and the matrix through the aptitude of the MRPS to provide a chemical connectivity between the two phases.

# CORRELATION BETWEEN THE MOBILITY OF A POLYION AND THAT OF ITS COUNTERIONS

Anis. GHAZOUANI, Sondes. BOUGHAMMOURA, Jalel. M'HALLA

*Faculty of Sciences of Monastir, UR « Electrolytes »*
*University of Monastir, 5000 Monastir, Tunisia*
Email: ghazouanianis2009@yahoo.fr

In this paper, we propose a new approach in order to interpret the variation of the conductibility of the PSS polyion with the nature and the concentration of the alkaline counter-ions $Li^+$, $Na^+$ and $K^+$, and the hydrophobic cations $Et_4N^+$ and $Bu_4N^+$. This approach is based on a recent model in which the stretched polyion is represented by a chain of successive charged spheres, partially condensed by the counter-ions. We have found that the moderate variation of the hydrodynamic friction on the polyion with the size $R_M$ of condensed counter-ions, cannot completely explain the *important* decrease (of about 35% from $K^+$ to $Bu_4N^+$) of the conductibility ($\lambda_{PSS,M}$) of the PSS polyion with the nature of the counter-ions. Consequently, we have proposed a supplementary explanation by taking into account of the translational dielectric friction on the moving polyion. Formal analysis of this friction shows that it is very sensitive to the local structure of water surrounding the polyions. As this local structure depends in its turn, on the nature of the condensed counter-ions; we suggested that this specific sensitivity could explain the high dependence of the mobility of the polyion with the nature of its counter-ions.

# Adsorption of Methylene blue from aqueous solutions by clay

Ghribi Afef[a], Bagane Mohamed[a]

[a)] *Unité de recherche de la thermodynamique appliquée, ENIGabès,*

In this study, an equilibrium.adsorption isotherm for the removal of a basic dye, methylene blue (MB), from aqueous solution on a natural clay has been investigated. A maximum of 200mg/g of MB at equilibrium is achieved. Equilibrium data are mathematically modeled using, the Freundlich, Langmuir,Temkin and Elovich isotherm adsorption models.

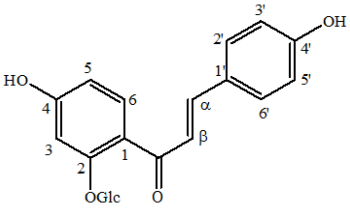
**Key words:** Adsorption, Methylene blue, isotherm, Clay.

# Antioxidant activity of extracts and Secondary Metabolites from *Acacia cyanophylla*

Lotfi Ghribi[a*], Hatem Ghouila[a] and Hichem Ben Jannet[a]

[a]*Laboratoire de Chimie Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivité (CHPNR), Equipe : Chimie Médicinale et Produits Naturels, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Monastir, Université de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019 Monastir Tunisie.*
*lghribi@yahoo.fr

The most evident substances in many *Acacia* species are complex phenolic compounds, polysaccharides and flavonoids [1]. *Acacia cyanophylla* is a legume shrub species; it represents a potential forage resource particularly during periods of drought. A review of the literature indicated that chalcones showed anti-infective, anti-inflammatory, cytotoxic and leishmanicidal and anti-tuberculosis properties [2]. The present work describes the isolation, the structure elucidation and the antioxidant evaluation of three polyphenolic compounds identified as Isosalipurposide **1**, Quercetin **2** and Naringenin **3** from ethyl acetate extract of *A. cyanophylla* flowers. Their structures were elucidated by extensive spectroscopic methods including 1D and 2D-NMR experiment as well as ES-MS. The prepared extracts and the isolates were tested for their antioxidant activity using DPPH and ABTS scavenging assays and reducing power.




**Key words:** *Acacia cyanophylla*, polyphenolics compounds, antioxidant activity

## References

[1] Seigler, D.S., **2003**. Syst. Ecol. 31, 845-873.
[2] Zdizslawa, N., **2007**. A Eur. J. Med. Chem. 42, 125-137.

# AN ALTERNATIVE ROUTE TO THE SYNTHESIS OF PHENANTHRENES

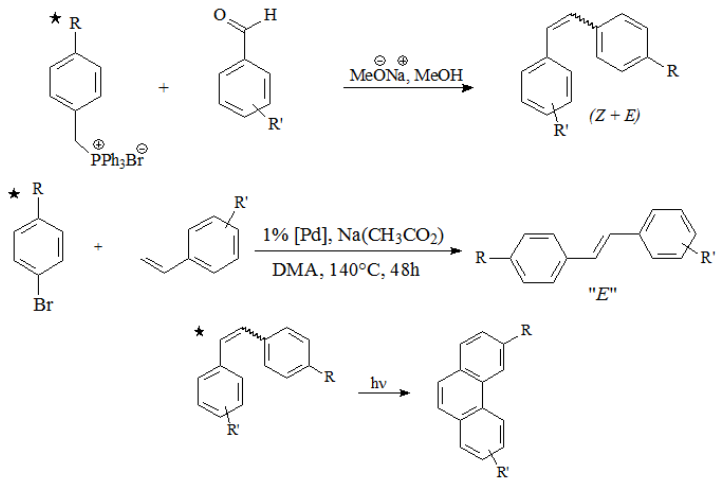
Habiba Guédouar, Faouzi Aloui, Souad Moussa, Béchir Ben Hassine

*Laboratoire de Synthèse Organique Asymétrique et Catalyse Homogène (01 UR 1201)*
*Faculté des Sciences de Monastir, Avenue de l'environnement, 5019 Monastir, Tunisie*
habiba.gued@gmail.com

The local aromaticity of the six-membered rings in three series of benzenoid compounds, namely, the acenes, phenacenes, and helicenes, has been assessed by means of three probes of local aromaticity based on structural, magnetic, and electron delocalization properties.[1]

Phenanthrene is one of the most stable fused aromatic compounds.[2] Its high resonance energy qualifies it as an ideal building block for conjugated systems with a high energy gap.

Our synthetic approach is based on the utilisation of different ketones and esters to synthesize various new phenanthrene derivatives. Their corresponding diarlyethenes were prepared by two methods based on Wittig or Heck reactions.



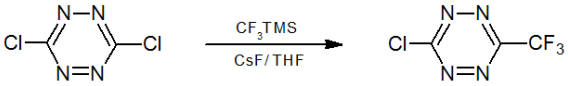

1. Guillem, P.; Jordi, P.; Josep, M., B.; Pere, A.; Miquel, S. *J. Org. Chem.*, **2005**, *70*, 2509-2521.
2. Hepworth, J. D.; Waring, D. R.; Waring, M. J. *Basic Concepts in Chemistry*: *Aromatic Chemistry*; John-Wiley & Sons, New York, **2003**.

# *F*-ALKYLATION OF DICHLORO-*s*-TETRAZINE

Refka GUERMAZI[a], Gilles CLAVIER[b], Ahmed HEDHLI[a] and Pierre AUDEBERT[b]

*[1)] LCMO ENSIT MONTFLEURY, 5 Avenue de Taha Hussein 1008 Montfleury, Université de Tunis, Tunisie*
*[2)] PPSM, ENS CACHAN, 61 Avenue du Président Wilson 94235 Cachan, Université Paris Sud, France*

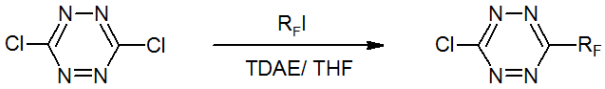
When tetrazine **1** was treated with $CF_3TMS$ in the presence of césium floride in TH, only monotrifluromethylated compound **2** was obtained (Scheme 1).




**1** **2**

***Scheme 1***: Synthetic route to chloro(trifluoromethyl)-*s*-tetrazine **2**

Similarly, reaction of tetrazine **1** with $R_FI$ in THF afforded the corresponding perfluorinated compound **3** (Scheme 2).




**1** **3**

$R_F = C_6F_{13}$ ; $C_8F_{17}$

***Scheme 2***: Perfluoroalkylation of dichloro-*s*-tetrazine **1**

**Key words:** Tetrazine, *F*-alkylation, perfluorinated.

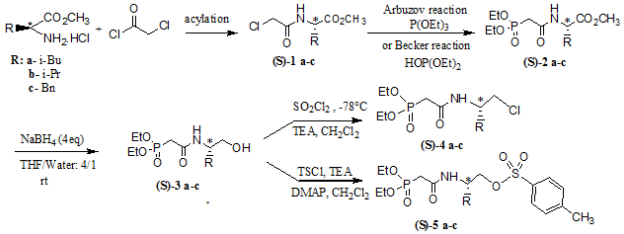
# SYNTHESIS OF 2-(DIETHYLPHOSPHORYL) ACETAMIDE 2-ETHANOL DERIVATIVES AND THEIR CHLORINATION AND *O*-TOSYLATION REACTION

S. Guezane Lakoud [1], N-E. Aouf [2]

[1] *Equipe de Synthèse Asymétrique et Biocatalyse, LCOA, Université Badji Mokhtar of Annaba, B.P12, 23000 Annaba, Algeria*
[2] *Laboratoire de chimie organique appliquée, Université Badji Mokhtar of Annaba, B.P12, 23000 Annaba, Algeria*
E-mail : g11_samia@yahoo.fr

Due to their interesting biological and biochemical properties, aminophosphononates are of considerable current interest [1]. This class of compounds is mainly applied as plant growth regulators, herbicides, fungicidal [2], enzyme inhibitors [3], and anticancer agents [4], and moreover, they can be used as key intermediates in many chemical reactions. The aim of this work is to prepare the chiral 2- (diethoxyphosphoryl) acetamide 2-chloroethane **4a-c** by chlorination using sulfonyl chloride, and also the chiral 2-(diethoxyphosphoryl) acetamide 2-*o*-tosylethane **5a-c** by tosylation using *p*-toluenesulfonyl chloride, from the chiral 2-(diethoxyphosphoryl) acetamide 2-ethanol derivatives **3a-c**. These compounds were prepared in a three-step sequence starting from the acylation reaction of chiral aminoesters with chloroacetylchloride, affording the chiral methyl-chloroacetamide alkyl esters **1a-c**, followed by phosphorylation using two methods. The first one is an Arbuzov reaction as thermal way, and the second is a Becker one as an anionic way to obtain the 2- (diethoxyphosphoryl) acetamide 2-methyl acetate **2a-c.** Finally, selective reduction of ester moiety of theses derivatives with $NaBH_4$ in THF/water (4/1) as solvents, afforded the target compounds **3a-c**. The structures of all compounds were confirmed by usual spectroscopic methods: IR, SM, $^{1}H$, $^{13}C$ and $^{31}P$ NMR.

**Keywords:** Phosphonylation, chlorination reaction, *O*- tosylation reaction.




## References

[1] F. Palacios, C. Alonso, J.M de los Santos,. *Chem. Rev*. **2005,** *105*, 899–931.
[2] L. Maier, P. Diel,. *Phosphorous, Sulfur Silicon Relat. Elem* **1994,** *90*, 259–279.
[3] O. I. Kolodiazhnyi, *Tetrahedron: Asymmetry* **2005.** *16*, 3295.
[4] G. Lavielle, P. Hautefaye, C. Schaeffer, J. A. Boutin, C. A. Cudennec, A. Pierre, *J. Med. Chem* **1991,** *34*, 1998–2003.

# RECYCLING WASTE ORANGE PEEL FOR Cu REMOVAL FROM WASTE WATER: kinetic and equilibrium studies

Guiza Sami[a], Co-Bagane Mohamed[b]

*[a,b]) Department of Chemical Engineering Process, National Engineering School of Gabés. Tunisia (a)&(b)*

This paper discusses about the adsorption of copper ion Cu2+ from aqueous solution by cellulosic waste orange peel (CWOP).The adsorption process depends on the solution pH, adsorbent dose, contact time, initial metal ion concentration and agitation speed. The adsorption kinetics was relatively fast and equilibrium was reached at 50min. The adsorption equilibrium follow Langmuir adsorption isotherm model. The maximum adsorption capacity value of the (CWOP) for copper ion was 40mg/g. The thermodynamic study shows the adsorption of copper ion onto (CWOP) was spontaneous and exothermic in nature. The external mass transfer kinetic model was applied to the experimental results and provided reasonable overall volumetric mass transfer coefficients.

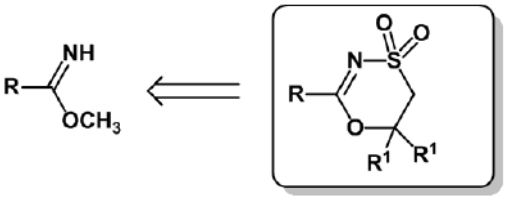
**Keywords:** Bio-sorption, heavy metal, agricultural waste, Kinetics, thermodynamic.

# SYNTHESIS OF NOVEL OXATHIAZINE DIOXYDE FROM IMIDATES

Maha HACHICHA, Mohamed BOUKRAA, Mohamed Lotfi EFRIT*

*Laboratoire de Synthèse Organique et Hétérocyclique.*
*Université de Tunis El Manar, Faculté des Sciences, Campus Universitaire 2092, Tunis-Tunisie*
*E-mail : medlotfi.efrit@gmail.com

Heterocyclic compounds occur widely in nature and quite a few of these are essential to life processes. The literature on hetrocyclic compounds is replete with examples of a large number of synthetic methods of naturally occurring systems which are pharmacologicall[1] active.
Indeed, the sulfamide moiety[2], an important synthetic potential has emerged as promising class of compounds in drug discovery.
In this context to extend the range of heterocyclic synthesized in our laboratory we propose a new strategy for the synthesis of novel functionalized heterocyclic from the iminoester.
The structures of all the newly prepared compounds were confirmed by $^{1}H$, $^{13}C$ NMR spectral data, and elemental analysis.




**References**

**1-** Thomas Böhme, Christian K. Engel, Géraldine Farjot, Stefan Güssregen, Torsten Haack Georg Tschank, Kurt Ritter, *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters* 23, **(2013),** 4685–4691.

**2-** Monaem Balti, Khaireddine Dridi, Mohamed Lotfi Efrit, *Hetrocyles*, 89, 6, **(2014)** , 1483-1490.

# Thermodynamic study of magnesium sulfate crystallization: Application of Pitzer model and quinary diagrams

Ferid HAJBI[a*]; Halim HAMMI[a]; Roland SOLIMANDO[b]; Adel M'NIF[a]

[a]*Useful Materials Valorization Laboratory*
*National Centre of Research in Materials Science; Technologic Park of Borj Cedria*
*B.P.73–8027.Soliman. TUNISIE - Tel: +216.79.32.54.70; Fax: +216.79.32.53.14*
[b]*Reactions and Process Engineering Laboratory*
*ENSIC,1, Rue Grandville-BP 20451.Nancy France*

Extracting valuable salts from reverse osmosis reject brine may be a solution to reduce environmental risk of this effluent if discarded into nature medium. Isothermal evaporation (25°C) allows recovering many salts like gypsum, halite and magnesium salts (epsomite, hexahydrite). In this paper, magnesium sulfate crystallization was studied, for this purpose two different quinary diagrams were used to draw the crystallization path. Furthermore, the application of Pitzer model and the use of Phreeqc program were required respectively to calculate electrolytes solubility product and to simulate the evaporation steps. Experimentally, X-Ray diffraction was adopted to identify the nature of recovered solid phases.

The different results of this study are almost similar and confirm the crystallization of epsomite and hexahydrite at the end of evaporation process.

**Keywords**: reverse osmosis, evaporation, quinary diagrams, Pitzer model, Phreeqc.

# Preparations of liquid crystals and Fullerene C60 derivatives

Hajri.A.H

*Académie militaire Foundok-Jedid*

Side chain liquid crystalline polymers *(1)*, which represent a combination of liquid crystalline behavior and polymeric proprieties, have been the subject of intensive research. The liquid crystalline phase is a state of matter that is sometimes observed intermediate between solid crystal and isotopic liquid.

Shibaev and al. *(2)* demonstrated the first example of side chain liquid crystalline polymers as a reversible optical data storage material. The advantages of these side chain liquid crystalline polymers are as follows:

- Because of the glass transition phenomenon, segmental motion of polymer chains can be frozen in.
- Good film-forming properties of polymers.
- Low fluidity of the polymers.

This work is explaining synthesis of liquid crystals. My work consists to synthesis of ferro- liquid crystal: 4-[(2S,3S)-2-chlor-3-methyl pentanoate] phenyl -4-(10-undecen-1-yl) benzoate and chromo- liquid crystals: p-[4-(10-undecenyloxy)phenylazo]benzonitrile and with 9-decenyl-1-ol to give p-[4-(9-decenyloxy)phenylazo]benzonitrile. These liquid crystals tried unsuccessfully to be grafted to C60 by introduction of amine group. Our next step is to resolve the problem of our strategy to introduce amine group in liquid crystals, which is requisite for coupling with C60.

(1) Hsu, C. S., Prog. Polym. Sci., 22, 829-871 (1997).
(2) Shibaev, V. L., Kostromin, S. G., Plate, N. A., Ivanov, S.A., Vetrov, V. Yu. and Yakovlov, I. A., Polym. Commun., 24, 364-365 (1983).

# Procédé chimique de recyclage des huiles de moteur usées

Hajri.A.H; Ben Ali. M.A ;Kaddachi.M

*Académie Militaire Foundok-Jedid*

Les huiles lubrifiantes sont utilisées dans presque tous les domaines industriels. Leur durée d'utilisation est de plus en plus courte pour optimiser le fonctionnement des machines (un rendement maximal pour une consommation d'énergie minimale).

Les huiles usées forment une quantité importante de déchets qui augmente au fil des années. Ces déchets sont très néfastes pour l'environnement; d'où l'utilité de trouver des moyens écologiques pour une nouvelle utilisation ou une élimination.

Le recyclage industriel des huiles usées par raffinage a été mis en œuvre et adopté par plusieurs grandes entreprises telle que SOTULUB en Tunisie. Mais il nécessite des moyens économiques et logistiques très lourds.

Notre travail était de trouver un moyen chimique plus simple et peu couteux afin de séparer les impuretés solides en suspension dans l'huile. Ce qui permet de récupérer une phase huileuse prête à l'analyse physico-chimique et au traitement.

Les résultats obtenus sont très intéressants permettant la préparation d'une huile à très faibles taux de métaux contaminants et de viscosité à 40°C proche d'une huile neuve et d'après le spectre FTIR, le mélange huileux est constitué essentiellement d'hydrocarbures saturés

Les perspectives de ce travail sont l'élaboration et l'amélioration de notre procédé de recyclage en utilisant des quantités plus importantes d'huiles usées.

La deuxième perspective est la préparation des graisses lubrifiantes à partir de cette huile recyclée ayant des fonctions spécifiques pour chaque domaine d'utilisation.

# Elaboration des couches minces de $TiO_2$ modifié par Li-N: Application à la dégradation photocatalytique des polluants

Zeineb Hamden[1], Sami Boufi [2] et Soraa Bouattour [1]

[1]*Laboratoire de chimie inorganique, Faculté des sciences de Sfax, Université Sfax, Tunisie*
[2] *Laboratoire MES, Faculté des sciences de Sfax, Université Sfax*
*B.P. 802-3018 Sfax, Tunisie*

Les problèmes de pollution de l'eau et de l'air par les rejets industriels, sont en croissance au cours de ces dernières années. La prise de conscience de cette menace sérieuse pour toutes les espèces vivantes a induit une forte croissance dans le domaine des recherches scientifiques pour développer de nouveaux procédés efficaces et pas trop onéreux en vue de dégrader les polluants organiques rejetés.

Le processus de photodégradation basé sur l'utilisation du dioxyde de titane $TiO_2$, est considéré comme une véritable technique très développée par rapport aux techniques classiques utilisées dans ce domaine. L'objectif de notre travail est d'élaborer des photocatalyseurs assurant un rendement intéressant et réutilisable. Nous avons étudié l'effet des dopants sur les propriétés structurales, optiques et morphologiques des couches minces de $TiO_2$.

L'étude s'est articulée en deux axes distincts : La première partie de notre travail a été réservée à l'élaboration des couches minces de dioxyde de titane dopé par Li -N. L'impact du taux de dopage a été étudié. Une caractérisation par microscopie électronique à effet de champ (FEG) des catalyseurs dopés ou codopés par Li-N a montré une couche homogène formée de particules de taille nanométrique. Une analyse par XPS a mis en évidence la présence des dopants à la surface du $TiO_2$. Compte tenu de l'analyse optique (UV-visible et luminescence) le dopage de $TiO_2$ par Li-N entraine une augmentation du gap d'énergie.

Dans un deuxième temps, une évaluation des performances photocatalytiques de ces couches minces a été réalisée. Les essaies de photodégradation ont montré une amélioration nette du rendement par rapport au $TiO_2$ dopé par Li ou N. Une légère diminution de la concentration résiduelle du polluant organique a été mise en évidence après trois cycles de dégradation lors des expériences de réutilisation.

# INDIRECT SENSITIVE DETECTION OF DOPAMINE USING SELF-ASSEMBLED ELECTROACTIVEMONOLAYERS ON GOLD ELECTRODE

Asma Hammami and Noureddine Raouafi

*Laboratoire de ChimieAnalytique et d'Electrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis El-Manar, Tunis, Tunis*

Accurate determination of dopamine levels is an important task for healthcare. We report on the design of a simple yet sensitive and selective (bio)sensor for the detection of dopamine. The biosensor is readily obtained by self-assembling of the naphtoquinone-terminated alkythiols on gold surface of a polycrystalline electrode. The as-prepared sensor was characterized by CVand EIS (**Figure A**). Addition of gradual amounts of dopamine induces a proportional increase of reductioncurrent peak located *ca*. -350 mV corresponding of naphthoquinone reduction to hydronaphthoquinone moiety.Moreover, the modified electrode showed different oxidation potentials for a mixture of dopamine, ascorbic acid (AA) and uric acid (UA) which allows the detection of low concentrations of dopamine in presence of a large excess of AAor UA. The sensor was applied for the simultaneous detection of DA and UA in presence of AA (**Figure B**).The sensor has a wide dynamic range(1 to 100 μM) with $R_2 = 0.997$ and the low limit of detection and quantification are 0.069 and 0.229 μM, respectively.

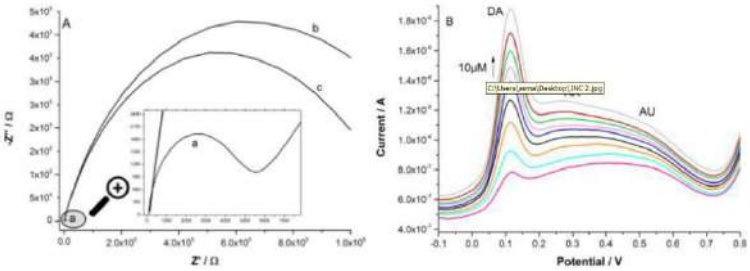



**Figure:** (**A**) EIS plots of gold electrode (a) before, (b) after modification in 5 mM of [Fe(CN)6]3/4- solution and (c) after addition of 0.05 mM of DA; sweep rate:0.1Vs-1. (**B**) DPVs of gold modified electrode at different concentration of DA, sweep rate: 0.01Vs-1(in a PBS solution, pH = 7.0) from 0 to 100μM in presence of 300 μM AA and 100 μM AU.

# Ru-Fe/$TiO_2$ for the catalytic wet hydrogen peroxide oxidation of p-hydroxybenzoic acid

Tijani Hammedi[a,*], Mohamed Triki[b], Zouhaier Ksibi[a], Abdelhamid Ghorbel[a], Francisco Medina[c]

[a]*Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, Faculté des Sciences de Tunis, Université Tunis ElManar, Campus Universitaire Tunis ElManar, 2092 Tunis, Tunisia*
[b]*Centre National des Recherches en Sciences des Matériaux, Pôle Technologique Borj Cedria, 8027 Soliman, Tunisia*
[c]*Departament d'Enginyeria Química, Universitat Rovira i Virgili, Av/Països Catalans 26, 43007 Tarragona, Spain*
*E-mail: tijanihamm@yahoo.fr

Many investigators have been trying to improve the catalytic activity and stability of heterogeneous catalysts to enhance the efficiency of Catalytic Wet Hydrogen Peroxide Oxidation (CWHPO) [1, 2]. Ruthenium is the only metal of the platinum group that exhibits Fenton-like activity in the presence of $H_2O_2$. The aim of this work is to combine mesoporous support ($TiO_2$) and an active phase (Ru-Fe) in order to increase the concentration of organic compounds close to the $H_2O_2$ active sites and therefore to enhance both the oxidation rate and the efficiency of the use of $H_2O_2$. The results showed that Ru-Fe/$TiO_2$ were very active for the CWHPO at mild conditions (60 °C and atmospheric pressure) of p-hydroxybenzoic acid (p-HBZ). The catalytic activity of Ru-Fe/$TiO_2$ was found to depend on the calcination method. In fact, The Ru-Fe/$TiO_2$**C** catalyst (Calcined under oxygen) showed higher activity and stability than the Reduced one (Ru-Fe/$TiO_2$ R). Moreover, 71% of p-HBZ conversion was obtained after 10 min of reaction in the presence of 0.5Ru-3Fe/$TiO_2$**C**. All the catalysts were characterized by means of X-ray diffraction, $N_2$ physisorption at 77 K, Temperature-programmed reduction ($H_2$-TPR) and elemental analysis.

**Keywords:** CWHPO; Fenton-like; Ru-Fe; $TiO_2$

## References

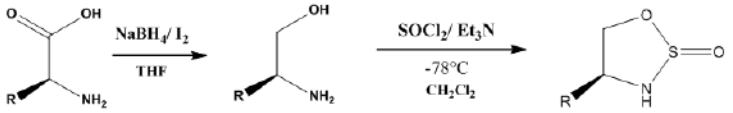
1. P. Massa, F. Ivorra, P. Haure, R. Fenoglio, *J. Hazard. Mater.*, **190** (2011) 1068.
2. C. Di Luca, P. Massa, R. Fenoglio, F.M. Cabello, *J. Chem. Technol. Biotechnol.*, **89** (2014) 1121.

# SYTHESIS AND BIOLOGICAL ASSESSMENT OF SOME NEW CHIRAL 4-SUBSTITUTED OXATHIAZOLIDIN-2-OXIDES

Rym Hassani, Yakdhane Kacem and Béchir Ben Hassine

*Laboratory of Organic Synthesis, Asymmetric and Homogeneous Catalysis.*
*Faculty of Science, 5019 Monastir, Tunisia.*
E-mail: bechirbenhassine@yahoo.fr

The great importance of enantiomerically enriched cyclic sulfamidites in asymmetric synthesis can be inferred from the large number of papers.[1-3] Cyclic sulfamidites have been successfully used to synthesize various products bearing heteroatoms in their functional groups.[4] In this context, we have focused primarily on their synthesis, their stereochemical and their biological activities. A convenient and efficient synthesis of 4-substituted oxathiazolidin-2-oxides derivatives in good to excellent yields has been achieved by high diastereoselective cyclisation of chiral α-amino alcohols with thionyl chloride. On the other hand, the present study indicates that synthetic molecules are no genotoxic and are compounds with an important anti-oxidant activity and thus may be useful for chemoprevention.




(1) (2)

a- R=PhCH$_2$
b- R=Ph
c- R= Et
d- R= $^i$Pr
e- R= $^t$Bu
f- R= Me

**References**

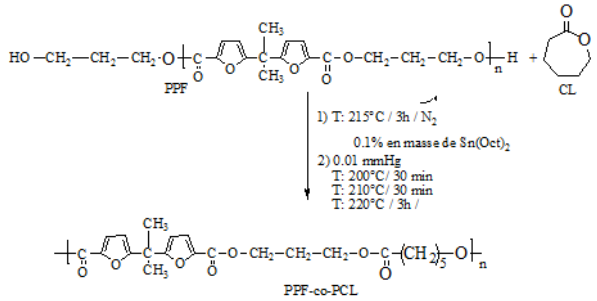
1. F. Wudl, T. Lee, B. K. *J. Am. Chem. Soc.* ***1973***, 95, 6349
2. F. Duran, L. Leman, A. Ghini, G. Burton, P. Dauban, R. H. Dodd, *Org. Lett.* ***2002***, 4, 2481.
3. R. Guo, S. Lu, X. Chen, C. Tsang, W. Jia, C. Sui-Seng, K. Abdur-Rashid, *J. Org.Chem.* ***2010***, 75, 937–940
4. R. E. Mele´ndez, W. D. Lubell. *Tetrahedron*, ***2003***, 59, 2581–2616.

# Application de la R.O.P dans la copolymérisation d'oligoesters furaniques avec l'ε-caprolactone

Sabrine HBAIEB-KHARRAT[a], Wided KAMMOUN[a], Christelle DELAITE[b], Majdi ABID[a], Souhir ABID[a]

[a]*Laboratoire de Chimie Appliquée (H.C.G.P) - Faculté des Sciences Université de Sfax – Tunisie*
[b]*Laboratoire de Photochimie et d'Ingénierie Macromoléculaires Université de Haute Alsace-Mulhouse-France*

L'étude de la synthèse et de la caractérisation physicochimique des polyesters aliphatiques connait un intérêt sans cesse croissant dès l'instant où ces matériaux présentent un grand potentiel aux différents processus de biodégradation. Cependant, les polyesters aliphatiques manifestent des propriétés mécaniques et thermiques modestes qui limitent leurs champs d'applications. Compte tenu de la raréfaction des ressources fossiles et de la hausse du prix de pétrole, nous nous sommes proposés dans le présent travail de réaliser la modification chimique de ces polymères par incorporation d'unités furaniques dans l'enchaînement macromoléculaire. Les différents copolyesters furano-aliphatiques que nous avons synthétisés, sont obtenus suite à la polycondensation en masse du polypropylène furanique di-hydroxylé avec l'ε-caprolactone selon la technique de polymérisation par ouverture du cycle (R.O.P) selon le schéma réactionnel suivant :




La variation des rapports massiques des monomères nous a permis d'élaborer de nouvelles structures non décrites dans la littérature. Les données spectroscopiques de la RMN$^{1}$H, RMN$^{13}$C et la FTIR confirment bien la régularité structurale de tous les copolymères synthétisés. L'étude des propriétés thermiques des copolyesters furano-aliphatiques est réalisée par DSC et ATG.

**Key words:** Ring oppenig polymerization, furanic oligoesters, ε-caprolactone, furanic copolyesters

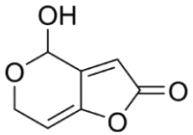
# Nouvelles Phases Solides pour l'extraction de la patuline

A. Zaatour[1], S. Hbaieb[1], R. Kalfat[1]

*Laboratoire Méthodes et Techniques d'Analyse, Institut National de Recherche et d'Analyse Physico-Chimique, Biotechpole Sidi-Thabet, 2020 Ariana, Tunisie.*

La patuline est une mycotoxine de faible poids moléculaire (< 1000 d), thermostable en milieu non aqueux et difficilement dégradable. La détermination de la concentration de la patuline dans les matrices alimentaires est effectuée par chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC). Afin d'obtenir un résultat d'analyse fiable, il est nécessaire d'utiliser un prétraitement d'échantillons qui permet l'extraction et la purification de la patuline de ses matrices complexes. Ce prétraitement d'échantillon est généralement effectué par extraction liquide-liquide ou liquide–solide en utilisant une phase solide d'extraction adaptée. De nouvelles phases solides d'extraction à empreinte moléculaire (MIP) à usage multiple ont vu le jour depuis quelques années [1]. Les polymères à empreintes moléculaires (MIPs) constituent des matériaux présentant des cavités spécifiques à une molécule cible adaptés en taille et en orientation des groupements d'interaction avec la cible.

L'objectif de ce travail est de développer de nouvelles phases solides permettant d'extraire sélectivement la patuline.




Structure chimique de la patuline

Une nouvelle phase solide d'extraction a été synthétisée à partir de silice sur laquelle ont été fixés des groupements méthacryliques. Ces groupements réactifs greffés en surface ont servi le développement d'un polymère à empreinte de patuline.

Le taux d'impression du matériau synthétisé a été évalué à 0,086 µmol/g. Le pourcentage d'extraction de la patuline à partir du MIP est de 71 %.

**Mots clé**: patuline, polymère à empreinte.

[1] X. Wei; X. Li, S.M. Husson, Surface Molecular imprinting by Atom Trasfer Rdical Polymerization. Biomacromolecules, 6 (2500), p 1113.

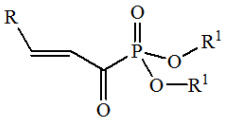
# SYNTHESE ET REACTIVITE D'α-CETO-β-ALCENYLPHOSPHONATES: VOIE D'ACCES A DE NOUVEAUX DERIVES DE LA 1,2,3-OXATHIAPHOSPHORINE-2-SULFURE

Marwa HERMI et Soufiane TOUIL

*Laboratoire de Chimie Organique des Hétéroéléments, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Bizerte, Université de Carthage, 7021 Jarzouna (Tunisie)*

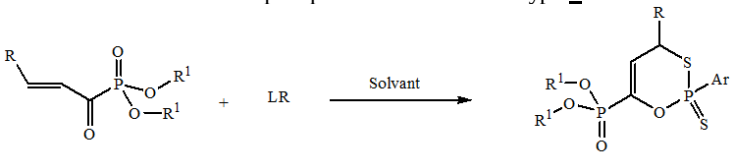
Pilier de la chimie, en général depuis des décennies, la chimie du phosphore continue de connaître un essor remarquable la situant au cœur de nombreuses avancées issues de la recherche. D'une manière générale, biologie [1] et santé [2] sont les témoins d'avancées remarquables dans la chimie organique du phosphore.

De nombreuses recherches ont ainsi été consacrées à la préparation et à l'étude biologique de structures comportant un ou plusieurs motifs phosphorés. Dans ce cadre, nous rapportons ici la synthèse d'une série d'α-céto-β-alcénylphosphonates de type **1**, qui ont l'avantage d'avoir plusieurs sites réactifs susceptibles de réagir avec une multitude de substrats bipolaires ou binucléophiles.



**1**

Nous avons jugé intéressant dans ce travail, d'étudier la réactivité des cétones **1** vis-à-vis du réactif de Lawesson (RL). Ceci nous a permis d'accéder à une nouvelle famille d'oxathiaphosphorine-2-sulfures de type **2**.




**1** **2**

**Mots clés** : Réactif de Lawesson, hétérocycles phosphorés, cétophosphonates.

**Référence :**

[1] Aouani,I, ;Lahbib,K.; Touil,S.; *Medicinal Chemistry*,accepté le 02 Juillet 2014.

[2] Tran, G., Skiba, F.; *Inra Production Animale*, 2005, 18 (3), 159-168.

# SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND OPTICAL PROPERTIES OF TITANIUM OXIDE NANOSTRUCTURES DOPED $Gd_2O_3$

Hfayedh Nasreddine, El Maaoui Mouhamed

*Unité de recherché de chimie minérale appliquée, Faculté des sciences de tunis*

Rare earth ion doped compounds have attracted a great amount of interest, due to their significant technological importance, and are used as high-performance luminescent devices, catalysts, time-resolved fluorescence labels for biological detection, and other functional materials based on their optical, electronic, and chemical characteristics. If the compounds were fabricated by precisely controlling the size and morphologies, it is expected that they would have new physical and chemical properties[1].

Particularly, rare earth doped $TiO_2$ nanomaterials with electronic, optical, and catalytic properties have drawn particular attention because of their wide applications as high efficient luminescent materials, catalysts, and other functional materials. Dramatic efforts have been dedicated to design and synthesis of controlled morphologies and size. Up to the present, RE doped $TiO_2$ nanocrystals have been prepared through various chemical routes such as solvothermal method, sol–gel deposition, and electrospinning technique [2].

In this paper, we present a hydrothermal synthesis of nanostructures TiO2 doped gadolinium and characterized by X diffraction, scanning electron microscopy and spectroscopy IR, UV-visible. In fact, the study of the influence of the doping concentration on the structural, morphological and optical properties has been developed.

**Keywords:** $TiO_2$ nanostructures, Gd3+-doped, optical properties.

## References

[1] J. Lin, Z.Y. Hou, C.X. Li, J. Yang, H.Z. Lian, P.P. Yang, et al., One-dimensional CaWO(4) and CaWO(4):Tb(3+) nanowires and nanotubes: electrospinning preparation and luminescent properties, J. Mater. Chem. 19 (18) (2009) 2737–2746.

[2] Z.Y. Hou, R.T. Chai, M.L. Zhang, C.M. Zhang, P. Chong, Z.H. Xu, et al., Fabrication and luminescence properties of one-dimensional CaMoO(4): Ln(3+) (Ln=Eu, Tb, Dy) nanofibers via electrospinning process, Langmuir 25 (20) (Oct 20 2009) 12340–12348.

# REACTIONS TOPOTACTIQUES ENTRE LES PHASES T'-$La_{2-x}Pr_xCuO_4$ ET T-$La_{2-x}Pr_xCuO_4$ : EXPLICATION DE L'AUGMENTATION DE LA TEMPERATURE DE TRANSITION

Mohamed Ikbal HOUCHATI [a, b], Ahmed Hicham HAMZAOUI [b], Werner PAULUS [a]

*a : Institut de Chimie Moléculaire et des Matériaux - UMR 5253, C2M: Chimie et Cristallochimie des Matériaux Université de Montpellier 2, Place Eugène Bataillon, Bat 15, F-34095 Montpellier (France)*
*b : Laboratoire de Valorisation des Matériaux Utiles, Centre National des Recherches en Sciences des Matériaux, Technopôle Borj Cedria, B.P. 73, 8027 Soliman, Tunisie*

Les composés à base de métaux de transition intéressent depuis toujours les chercheurs qui contrôlent et améliorent leurs propriétés pour leur trouver des applications dans des domaines comme la catalyse ou le stockage de données informatiques. Dans le domaine de l'énergie, certaines piles à combustible font intervenir des oxydes de métaux de transition et depuis plus d'une décennie, les cuprates (oxydes de cuivre) de type $A_2CuO_4$ sont au cœur d'un intense travail d'investigations. En effet, ces composés présentent une variété de phases et de propriétés électroniques très riche. Notamment, l'effet de la mobilité des atomes d'oxygène que certains de ces composés présentent à basse température est aujourd'hui au cœur d'une intense recherche pour en comprendre le mécanisme. C'est là qu'entre en jeu le nouveau système, un oxyde constitué de cuivre, de praséodyme et de lanthane, de formule chimique $La_{2-x}Pr_xCuO_{3.5}$ ($x \leq 0,8$). Son énorme atout, c'est justement de pouvoir réagir avec ces mêmes ions oxygène dès 280°C. Une prouesse impensable jusque-là. Le potentiel du nouveau venu est donc énorme : il est certes un très bon conducteur d'ions, mais il est aussi un excellent conducteur de courant. Par ailleurs, si le matériau est légèrement chauffé (en dessous de 300°C), il réinsère des atomes d'oxygène dans sa structure pour retrouver la formule chimique de la phase T' au lieu de la phase T de départ. Ces travaux montrent donc la mobilité importante, et contrôlée, des atomes d'oxygène dans cette structure cristalline à « basse » température et explique pourquoi la température de passage de la phase T' vers la phase T augmente avec l'augmentation de la composition de praséodyme et l'existence un volume critique qui assure le passage de la phase T' vers la phase T.

# AMLODIPINE VOLTAMMETRIC SENSOR BASED ON ELECTROPOLYMERIZED MOLECULARLY IMPRINTED POLY(ANILINE-CO-ANTHRANILIC ACID) FILM ONTO GLASSY CARBON ELECTRODE

Hajer HRICHI [a], Lotfi MONSER[b], Nafaâ ADHOUM [a,b]

*[a)] National Institute of Applied Sciences and Technology, Carthage University, Centre Urbain Nord, B.P.N 676, 1080 Tunis Cedex, Tunisia*
*[b)] Preparatory School for Engineering Studies, Kairouan University, Tunisia*

Amlodipine sensing was investigated based on differential pulse voltammetry measurements of an electropolymerized molecularly imprinted polymer (E-MIP) film. The E-MIP polymer was prepared via anodic electro-co-polymerization of aniline and anthranilic acid in the presence of Amlodipine onto glassy carbon electrodes using cyclic voltammetry (CV). Amlodipine molecules are successfully trapped into the poly(aniline-co-anthranilic acid) matrix creating, after their subsequent removal, shape-complementary artificial recognition sites. The effect of several significant operational parameters (monomer and template concentrations, number of CV scans, pH ) on the film analytical performances were investigated and optimized. Under optimized conditions, the sensor response exhibited high sensitivity toward the target template. The developed E-MIP sensor was successfully applied to the determination of Amlodipine in pharmaceutical dosage form and human plasma showing promising potential in practical applications.

**Key words:** Molecularly imprinted polymer, poly(aniline-co-anthranilic acid), Glassy carbon electrode, Electropolymerization, Amlodipine

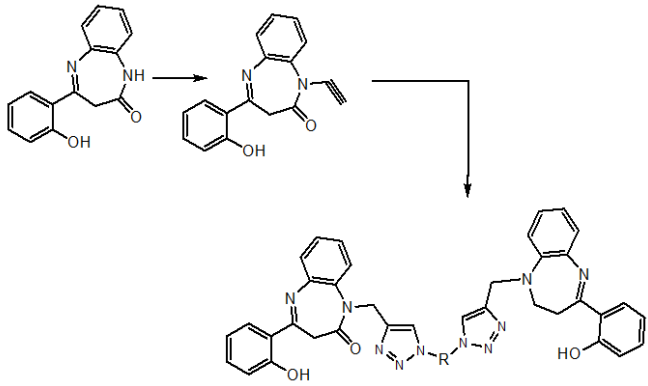
# The cycloaddition of 1, 3-dipolar for the Synthesis of novel -1,2,3-triazole derived from 1, 5-benzodiazepin-2-one

Jaafar Zouhour[a] Rafik Gharbi,[a] Moncef Msaddek,[a]

[a)] *Laboratory of Heterocyclic Chemistry, Natural Products and Reactivity. Faculty of Science of Monastir, University of Monastir, 5000 Monastir, Tunisia*
E-Mail: moncef.msaddek@fsm.rnu.tn

Triazoles have occupied an important role not only in organic chemistry but also in medicinal chemistry. Due to their important Central Nervous System (CNS)depressant effect, benzodiazepines (BDZ) have been the subject of intense investigations in medicinal chemistry and are now among the most widely prescribed psychotropic drugs.

Benzodiazepines are probably the most widespread family of compounds in the history of psychotropic drugs.[1]. With this idea in mind, an approach to the synthesis of triazolo [1,5]-benzodiazepines comprising copper catalyzed followed by azide-alkyne cycloaddition has been described.[2]




**Key words:** [1, 5] benzodiazepines, triazoles

[1] W.B.C and all, *C. R. Biologies* **2010**,*333*, 214–219.

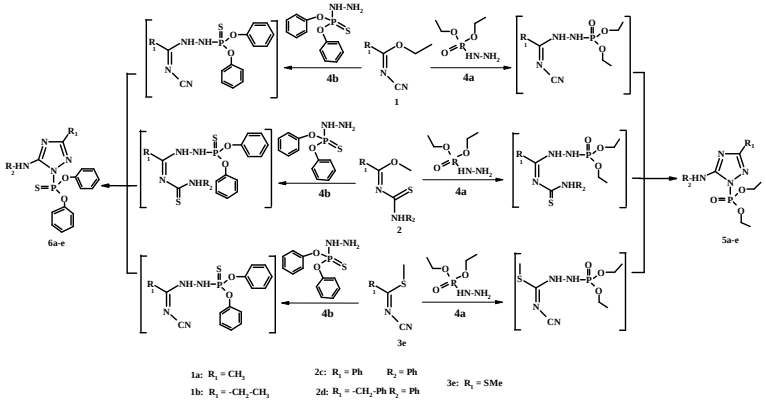
[2] Tome, C. W.; Christensen, C.; Meldal.M, *J. Org. Chem*. **2002**, *67*, 3057-3064.

# A Novel and efficient Approach to the Synthesis of 5-amino-1,2,4-triazoles-N-phosphonated from N-functionalized imidates

Dhiab Jabli [a, *], Khaireddine Dridi [a,b], M. Lotfi El Efrit [a]

[a] *Laboratory of Organic Chemistry, Department of Chemistry, Faculty of Sciences, El Manar University, El Manar II, Tunis 1060, Tunisia*
[b] *Department of Chemistry, Faculty of Sciences and Arts at Al Rass, Qassim University, 53, Kingdom of Saudi Arabia*
[*]E-mail addresses: jabli.dhiab@yahoo.fr, khairydridi@yahoo.fr, medlotfiefrit@gmail.com

Triazoles constitute an interesting group of heterocyclic compounds containing three 'N' atoms in a 5 - membered ring. 1, 2, 4 -Triazole and its derivatives represent some of the most biologically active classes of compounds possessing a wide spectrum of biological and pharmacological properties [1-5]. The introduction of phosphorus and in particular a phosphonate moiety significantly changes the physico-chemical properties as well as biological organic substrates [6,7]. In the context of such collaboration, we propose in this communication to synthesize triazoles N-phosphonate may represent an interesting biological activity.
The synthesis of these triazoles involves the N-functionalized imidates type **2** as precursors and O, O-diphenyl ester of thiophosphorohydrazidique **4a** and diethyl ester **4b** phosphorohydrazidique acid as reactants.




**Key words:** N-functionalized imidates, Diethyl phosphorohydrazidates, Thiophosphorylhydrazines, aminotriazole, Amino-1,2,4-triazoles-N-phosphonated.

**References**

[1] B.N. Goswami; J.C.S. Katiki and J.N. Baruah, *J. Heterocyclic Chem*., **1984**, *2*, 225.
[2] B.S. Holla. B. Kallurya and K.R. Sridhar, *Current Science*, **1987**, 56, 236.
[3] NA Abdon; FM Amin and A Mansura, *J. Pharm. Sci.*, **1990**, *6*, 25.
[4] RK Mishra; RK Tiwari; SK Srivastava and SC Bahel, *J. Indian Chem. Soc*., **1991**, *68*, 110.
[5] LJ Street; R Baker; WB Baker; WB Davey; AR Guibin and RA Jelley, *J. Med. Chem.*, **1995**, *38*, 1799.
[6] F. Palacios, C. Alonso, and J. M. de los Santos, *Chem. Rev.*, **2005**, *105*, 899.
[7] P. Kafarski and B. Lejczak, *Phosphorus Sulfur Silicon Relat. Elem*., **1991**, *63*, 193.

# SYNTHESE, CARACTERISATION ET ETUDE DES PROPRIETES OPTIQUES ET ELECTROCHIMIQUES DES NANOFLEURS D'OXYDE DE CUIVRE(I)

Fatma JANENE, Hassouna DHAOUADI et Fathi TOUATI

*Laboratoire des Matériaux Utiles, INRAP Technopole Sidi Thabet, Tunis*

Durant ces dernières décennies, les nanomatériaux ont suscité une attention particulière pour leurs propriétés physico-chimiques singulières. Ces dernières sont fortement liées à la forme et la taille de ces matériaux nanométriques, parmi lesquels, on peut citer l'oxyde de cuivre $Cu_2O$. C'est un semi-conducteur (Eg = 2,17 eV) connu par ses propriétés optiques intéressantes.

Dans ce cadre, la présente communication porte sur la synthèse hydrothermale des nanofleurs d'oxyde de cuivre (I), en utilisant $Cu(NO_2)_3.3H_2O$ comme source de cuivre et le paraphénylène diamine en tant qu'agent réducteur et structurant. Les échantillons obtenus sont caractérisés par diffraction des rayons X (DRX), microscopie électronique à balayage (MEB), spectroscopie d'absorption infrarouge (IR) et par spectroscopie d'absorption UV-Vis. Nous avons entrepris l'étude de l'influence du temps de séjour sur la morphologie et la taille des matériaux. Les résultats obtenus montrent que le matériau obtenu dans les conditions optimales est constitué d'une phase pure et homogène sous forme des fleurs avec une énergie de gap de l'ordre de 2,34 eV. L'étude par voltammétrie cyclique a montré que cette phase présente des performances électrochimiques remarquables

**Mots clés:** Synthèse hydrothermale, propriétés optiques et électrochimiques…

# STRUCTURAL AND CONDUCTIVITY INVESTIGATION OF A NEW POLYPHOSPHATE: $CsBi(PO_3)_4$

Khaled Jaouadi, Tahar Mhiri, Nabil Zouari

*Laboratoire de Physico-Chimie de l'Etat Solide, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Sfax, BP 802, Route de Soukra, 3018 Sfax, Tunisie.*

Synthesis, a complete structural characterization by X-ray diffraction, IR-Raman vibrational and conductivity investigation are given for a new cesium–bismuth polyphosphate $CsBi(PO_3)_4$. This compound crystallizes in the monoclinic system with a space group $P2_1/n$ (structural type IV). The structure consists of a three-dimensional framework made up of spiral $(PO_3)_n$ chains linked by $BiO_8$ polyhedra. Two infinite $(PO_3)_n$ chains with a period of eight tetrahedra run along the [101] direction. The infrared and the Raman spectra show clearly some characteristic bands of infinite chain structures of $PO_4$ tetrahedra linked by bridge oxygen. The thermo-differential analysis shows two endothermic peaks at $T_1 = 448$ and $T_2 = 919$ K. No weight loss was observed in the (T.G.A) until the temperature 800 K. The conductivity measurements confirm the presence of a phase transition at 448 K accompanied by an important increasing of the conductivity and a significant decreasing of the activation energy.

**Key words:** Inorganic material, $CsBi(PO_3)_4$, Crystal structure, Vibrational spectroscopy and impedance measurements

# THERMAL STUDY AND SUPERPROTONIC BEHAVIOR OF THE CRYSTAL: $Cs_2(HSO_4)_{1.5}(H_2AsO_4)_{0.5}$

Khaled Jaouadi, Noura Nouiri, Tahar Mhiri, Nabil Zouari

*Laboratoire de Physico-Chimie de l'Etat Solide, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Sfax, BP 802, Route de Soukra, 3018 Sfax, Tunisie.*

Crystals of the new compound $Cs_2(HSO_4)_{1.5}(H_2AsO_4)_{0.5}$, have been synthesized for the first time by a slow evaporation method at room temperature. Thermal-differential analysis of the superprotonic transition in $Cs_2(HSO_4)_{1.5}(H_2AsO_4)_{0.5}$ showed that the transformation to high-temperature phase occurs at 417 K by one-step process. Thermal decomposition of the product takes place at much higher temperatures, with an onset of approximately 708 K. The superprotonic transition was also studied by impedance and modulus spectroscopy techniques. The conductivity in the high temperature phase at 453 K is $3.51 \times 10^{-3}\ \Omega^{-1}\ cm^{-1}$, and the activation energy for the proton transport is 0.13 eV. The conductivity relaxation parameters associated with the high disorder protonic conduction have been examined from analysis of the $M''/M''_{max}$ spectrum measured in a wide temperature range. Transport properties in this material appear to be due to proton hopping mechanism.

**Key words:** $Cs_2(HSO_4)_{1.5}(H_2AsO_4)_{0.5}$; superprotonic phase transition; conductivity and Thermal behaviour.

# ELABORATION DE NANOPOUDRES ET DE COUCHES MINCES DE $TiO_2$ DOPE PAR Bi ET ASSOCIE AU ZnS : APPLICATION A LA DEGRADATION PHOTOCATALYTIQUE DES POLLUANTS ORGANIQUES.

Amira JEBLI [a], Soraa BOUATTOUR [a]

[a] *Laboratoire de CHIMIE INORGANIQUE,*
*Faculté des sciences de Sfax, Université Sfax, Tunisie*

La photocatalyse utilisant un semi-conducteur est une discipline qui a fait l'objet de nombreuses recherches fondamentales et appliquées ces dernières années. Le domaine d'application s'intéresse surtout à la dégradation d'un grand nombre de polluants organiques aussi bien dans l'eau que dans l'air. L`un des semi conducteur les plus utilisés actuellement en photocatalyse est le dioxyde de titane $TiO_2$. Les propriétés électroniques de ce semi conducteur, son faible coût économique, sa stabilité chimique, et sa non toxicité, font de lui un catalyseur de choix pour cette technologie. Cependant le $TiO_2$ ne peut être excité que par des rayonnements ultraviolets puisqu'il présente une large bande interdite (Eg= 3.2 e V pour l'anatase). Pour cela nous avons pensé à doper le $TiO_2$ par le Bi afin d'élargir le domaine spectral d'irradiation. Dans un deuxième temps, une association avec un autre semi conducteur s'avère bénéfique dans le but de retarder la recombinaison des charges photo générées à travers leurs migrations d'un semi conducteur vers un autre d'où l'idée d'associer le $TiO_2$ dopé par Bi avec le sulfure de zinc ZnS.

La première partie de ce travail a été réservée à l'élaboration des nanoparticules et des couches minces immobilisées sur des billes de verre. Une caractérisation par diffraction des rayons X et spectroscopie Raman a montré que la poudre de dioxyde de titane est amorphe pour des températures de calcination T< 400°C. L'analyse par UV-visible révèle une variation au niveau des valeurs du gap d'énergie selon la température de calcination.

Dans un deuxième temps les performances photocatalytiques des échantillons élaborés ont été évalués en utilisant l'acide salicylique comme polluant organique dans cette étude. L'influence de plusieurs paramètres à savoir : l'effet de la température de calcination, la quantité de ZnS et le taux de bismuth a été analysée.

# PHYTOCHEMICAL COMPOSITION, ALLELOPATHIC AND ANTIOXIDANT POTENTIALS OF THREE TUNISIAN *ACACIA SPECIES* AND CHARACTERISTIC PROFILES OF THEIR SEED OILS

Amira Jelassi, Asma El Ayeb, Hichem Ben Jannet

*Laboratory of Heterocyclic Chemistry, Natural Products and Reactivity (LR11SE39), Team: Medicinal Chemistry and Natural Products, Faculty of Science of Monastir, University of Monastir, Tunisia*
amira_jelassi@hotmail.com

Little is known about the chemistry of most *Acacia* species, although the genus is quite large and widespread in the warm sub-arid and arid portions of the world. The *Acacia* genus comprises approximately 1350 species [1].

The crude, ethyl acetate and n-butanol extracts prepared from pods and seeds of three species of *Acacia, A. cyclops, A. mollissima* and *A. cyanophylla* were tested at 1mg/ml to determine their total phenolic, total flavonoid and total condensed tannin contents. The total flavonoid contents in the organic extracts were closely ranged (3.1-24 mg equivalent rutin/100gDW), n-butanol extracts of *Acacia* pods were the richest ones in phenol and condensed tannin contents.

Fatty acid and phenolic compositions of the three species of *Acacia* oils were studied. These oils were compared in terms of physicochemical properties and fatty acid composition to Soybean oil. The oil content of *Acacia* seeds is 8.85%, 11.13% and 7.16%, respectively, Fatty acid composition identified by GC and NMR, was essentially dominated by linoleic acid, oleic acid, and palmitic acid.

Their antioxidant activity was assessed at different concentrations by using DPPH and ABTS, also their allelopathic potentials were evaluated on lettuce germination and seedling growth and some interesting results were noted.

**References**

**[1]** D. S. Seigler, *Biochemical Systematics and Ecology*, **2003**, *31*, 845.

# ETUDE CINETIQUE DE SECHAGE D'ARGILE D'EL-HICHA : MODELISATION

JHIDER Nouha[a], BAGANE Mohamed[a]

*[a)] Unité de recherche : thermodynamique appliquée, Département de Génie Chimique-Procédés, Université de Gabès. Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gabès (a)*

Dans les procédés de traitement des solides, l'opération de séchage est d'une grande importance, relativement à toutes les opérations unitaires mises en jeux. Bien que le séchage soit généralement la dernière étape du processus industriel, il est souvent appliqué à un grand nombre de matériaux solides.
L'objectif de ce travail est de mener une étude cinétique de séchage convectif de l'argile El-Hicha ainsi que l'estimation du coefficient de diffusion pendant le séchage. Un modèle mathématique simulant le fonctionnement du système de séchage a été élaboré. Les résultats obtenus nous ont permis d'évaluer l'influence de la température, de la vitesse et de l'humidité de l'air, sur la cinétique de séchage.

**Mots Clés :** Argile El-Hicha - Cinétique - Coefficient de diffusion - Séchage convectif - Modélisation.

# SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND SUPRAMOLECULAR STRUCTURE OF A Cu(II) COMPLEX WITH THE POTENTIALLY BIDENTATE LIGAND 2-AMINO-6-METHYLPYRIMIDIN-4-(1*H*)-ONE: $[Cu(C_5H_7N_3O)_4]Cl_2.5H_2O$

K. Kaabi and C. Ben Nasr

*Laboratoire de chimie des Matériaux, Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna, Tunisie.*

The crystal structure of the complex $[Cu(C_5H_7N_3O)_4]Cl_2.5H_2O$ has been determined by single crystal X-ray diffraction, and the compound was characterized by infrared spectroscopy and thermal analysis. The compound crystallizes in the monoclinic space group *P*21/c with lattice parameters $a$ = 15.304(4), $b$ = 13.528(3), $c$ = 15.071(4) Å, β = 90.120 (5)°, $V$ = 3120.0 (13) $Å^3$, and $Z$ = 4. The solid state structure exhibits pronounced pseudosymmetry emulating an orthorhombic *P*ccn setting which is broken only by ordering of solvate water and chlorine anions in channels stretching along the *c*-axis of the unit cell. Structural and IR data indicate that the title compound is present as the keto tautomer 2- amino-6-methylpyrimidin-4-(1*H*)-one rather than in the enol form 2-amino-6-methyl-4-pyrimidinol. The Cu(II) atoms are four-coordinated in a square planar fashion by nitrogen atoms of four 2-amino-6 methylpyrimidin-4-(1H)-one ligands. The crystal structure is stabilized by O–H···O, N–H···O, N H···Cl and O–H···Cl hydrogen bonds with pillars of the cationic complexes alternating with channels occupied by the chlorine anions and water molecules. FT–IR and TGA were also used to characterize the complex.

**Key words:** Coordination compound, X-ray diffraction, IR spectroscopy, Hydrogen bonds.

# Contribution à la détermination de la composition chimique et des composés bioactifs de deux espèces de champignons sauvages comestibles d'origine tunisienne Evaluation de leur activité anti-radicalaire.

Ibtissem Kacem, Nabiha Bouzouita

*Ecole Supérieure des Industries Alimentaires de Tunis,*
*58 Avenue, Alain Savary, 1003 Tunisie*
*Laboratoire de Chimie Organique et Structurale,*
*Faculté des Sciences de Tunis, 2092 El-Manar, Tunisie*

Les champignons sauvages comestibles sont devenus de plus en plus importants dans notre régime alimentaire non seulement pour leur texture et saveur mais aussi pour leurs caractéristiques chimiques et médicinales ainsi que leurs propriétés bioactives.

Cette étude s'intéresse à la détermination de la composition chimique (teneur en lipides totaux, protéines totaux, cendres et hydrates de carbone) et des composés bioactifs (phénols totaux, β-carotène et lycopène) de deux espèces de champignons sauvages comestibles collectées dans le nord ouest de la Tunisie (***Boletus edulis* et *Tricholoma equestre***). L'activité anti-radicalaire (capacité de piégeage du radical libre $DPPH^{\cdot}$) des extraits des deux espèces est déterminée. Les résultats obtenus montrent une variabilité significative en fonction de l'espèce étudiée. Les protéines et les glucides constituent les fractions majoritaires pour les deux espèces avec une faible teneur en lipides. Les champignons sauvages comestibles analysés montrent des teneurs plus élevés en composés bioactifs par rapport à des champignons sauvages de même espèce ayant d'autres origines, et par conséquence une meilleure activité anti-radicalaire.

**Mots Clés :** Champignons sauvages comestibles, composition chimique, phénols totaux, β-carotène, lycopène, activité anti-radicalaire.

# New antracene-zinc-phtalocyanine-based semi-conducting materials: Synthesis and optical properties

Mourad Shady Kahouech[a], Khaled Hriz[b], SarraTouaiti[a], Jamoussi Bassem[a]

[a]*Laboratoire de Chimie Organique et Analytique, Institut Supérieur de l'Education et de la Formation Continue, 2000 Bardo, Tunisia*
[b]*Laboratoire des Interfaces et Matériaux Avancés (LIMA), Faculté des Sciences de Monastir, Bd. de l'Environnement, 5019 Monastir, Tunisia*

Organic π-conjugated materials with semi-conducting properties have attracted immense interest from both the scientific community and industrialists, because of their potential application as active layer in electronic devices[1]. This functional compounds offer certain advantages over the standard/existing inorganic semiconductors, such as low cost, ease of processing, flexibility, excellent color gamut, and high fluorescence efficiency.
The Phtalocyanine (Pcs) and its derivatives are an important class of semiconducting materials. Their mechanical and optical properties, which depend heavily on their structure, make them good candidates for applications in the field of optoelectronics and renewable energy.[2]
We report the synthesis and characterization of Zn(II) phthalocyanine triazol anthracene-based (ZnPcAnTr)

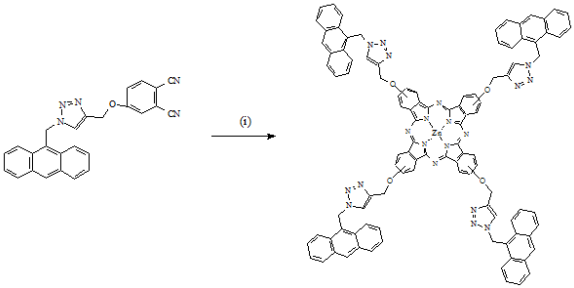



**Figure 1:** Reaction conditions: (i) C4H6O4Zn, C6H5NO2, (NH4)2MoO4, CH4N2O, 180°C, 7h.

The (Pcs) was synthesized from a nitrile compound with zinc (II) acetate in the presence of urea and ammonium molybdate was performed in nitrobenzene, was sterring in 180°C. We obtained a green powder phtalocyanine soluble in DMSO and DMF.
The formation of phtalocyanine compound was confirmed by $^1$H-NMR and FT-IR. In the U-V spectrum the ZnPcAnTr exhibit the typical optical features of phtalocyanines: a broad absorption band at around 330-391 nm, assigned the anthracene band and the soret band of the phthalocyanine moiety and a strong one at 686 nm assigned to Q-absorption band.
The PL spectrums of the material show broad spectrum maxima at 528 nm.
The optical gap, estimated from the absorption onset of the materials film, was about 1.49 eV.
The HOMO and LUMO energy levels were estimated to be 2.63-2.93 eV.

[1]Hung LS, Chen CH (2002) Mater SciEng 39:143
[2]Ghosh, A.K., Morel, D.L., Feng, T., Shaw, R.F., Rowe, C.A., 1974. J. Appl. Phys. 45, 230

# CHEMICAL COMPOSITION, ANTI-ACETYLCHOLINESTERASE AND ANTIOXIDANT ACTIVITIES COMPARISON OF ESSENTIAL OILS OF SAGE' LEAVES AND FLOWERS

Salma Kammoun El Euch [a,b], Jalloul Bouajila [c], Nabiha Bouzouita [a, b]

[a]*Laboratory of Structural Organic Chemistry, Faculty of Sciences of Tunis, Tunisia (a)*
[b]*Laboratory of valorisation of natural substances, High School of Food Industries in Tunis, Tunisia (b)*
[c]*Laboratory of Molecular Interactions and Chemical and Photochemical Reactivity, Mixed Research Unit 5623; National Center for Scientific Research, Toulouse Institute of Chemistry, University of Toulouse, and Paul Sabatier University, Toulouse, France (c)*

In recent years, considerable attention has been devoted to medicinal plants with antioxidants properties which are commonly postulated to play an important role in preventing diseases caused by oxidative stress, such as cancer, coronary arteriosclerosis, Alzheimer and ageing process. Sage (*Salvia officinalis L.*,) is one of the most appreciating herbs for its rich essential oils and its plethora of biologically active compounds extensively used in folk medicine [1]. It is reported to possess antibacterial, fungistatic, virustatic, estrogenic, anticholinesterase, and eupeptic effects [2, 3].
In this study, we are interested to identify the chemical compositions of both essential oils separately extracted from the leaves and the flowers of *Salvia officinalis*, determine their antiacetylcholinesterase and antioxidant activities and carry out a comparative study between them.
Their chemical compositions were determined by means of gas chromatography –flame ionization detection (GC-FID) and gas chromatography –mass spectrometry (GC-MS). Sixteen compounds were identified to represent 100 % of the essential oils extracted from the different organs. α-fenchene was the predominant compound (27%) followed by fenchone (19.1%) and isocineole (17.6) in the leaves' essential oil. Concerning the essential oil of flowers, α-fenchene possesses also the highest percentage (30%) and shows more important value than in the leaves. The Isocineole presents a considerable percentage (17.4%) which is almost the same as in the leaves (17.6%).
Anti-acetylcholinesterase and antioxidant activities were assessed respectively by Ellman's and DPPH$^{\bullet}$ methods. The essential oils of the Sage exhibited a moderate inhibition towards AChE and a weak ability to scavenge the free radical DPPH$^{\bullet}$.

**Key words:** *Salvia officinalis*, essential oils, chemical composition, anti-acetylcholinesterase activity, antioxidant activity.

## References

[1] Penso, G., 1983. Index Plantarum Medicinalium Totius Mundi Eorumque Synonymorum. OEMF, Milano.
[2] Farag, R. S.; Salem, H.; Badei, A. Z. M. A.; Hassanein, D. E. Biochemical studies on the essential oil of some medicinal plants. *Fette Seifen Anstrichmittel* **1986**, *88*, 69–72.
[3] Baricevic, D.; Sosa, S.; Della Loggia, R.; Tubaro, A.; Simonovska, B.; Krasna, A.; Zupancic, A. Topical anti-inflammatory activity of Salvia officinalis L. leaves: the relevance of ursolic acid. *J. Ethnopharmacol*. **2001**, *75*, 125–132.

# Variation of the chemical composition of false scad *Caranx rhonchus fish* from the Gulf of Gabes (Tunisia): Protein, fat, fatty acids and mineral element contents

Ilhem Ketata Khitouni[1]; Nourhène Boudhrioua Mihoubi[2]; Abderrahmen Bouain[1]

*1-UR Biodiversité et Ecosystèmes Aquatiques, FSS, Sfax, Tunisia*
*2-UR Ecophysiologie et Procédés Agroalimentaires, ISB-Sidi Thabet, Tunisia*
*3-Laboratoire de Biochimie et de Génie Enzymatique des Lipases, ENIS, Sfax-Tunisia*

The present study focuses on the seasonal variation of the global chemical composition of false scad *Caranx rhonchus* (G, 1817), fish of the coastal catch from the Gabes Gulf (Tunisia). The variations of moisture, protein fat and ash contents of the fresh muscle fish were examined as a function of sex. These variations are considerable for moisture and fat and less important for protein and ash. Maximal moisture content is reached during August for males (768.0 ± 11.5 g $kg^{-1}$) and minimal moisture content is reached during November for females (612.0 ± 6.0 g $kg^{-1}$). Inversely to maximal and minimal fat contents were recorded during November for females and April for males (132.2 ± 5.3 g $kg^{-1}$ versus 14.5 ± 0.3 g $kg^{-1}$). Higher protein values were observed over the year. Significant differences were observed for fatty acids in the examined fish species. Palmitic acid was the most abundant fatty acid ranging from 26% to 35%. Oleic acid was the main insaturated fatty acid ranging from 20% to 33%. Interestingly, muscle of *C. rhonchus* contained appreciable levels of Omega-3 polyunsaturated fatty acids suggesting the use of this fish as a source of healthy diet for humans. The muscle contains high content of ω 3 polyunsaturated fatty acids (PUFA), ranging from 9.35 to 19 % and including C20:5 ω 3 (eicosapentaenoic acid, EPA) and C22:6 ω 3 (docosahexaenoic acid, DHA) acids as major components. These two acids together accounted from 9.00 to 18.66 % of total acids in the muscle of *Caranx rhonchus*. These findings may benefit the fishing industry, nutritionists and researchers who are striving to improve the nutritive value of this fish species.

**Keywords:** Caranx rhonchus fish, Coastal catch, chemical composition, protein Fat, Fatty acid;

# Speciation of bismuth in concentrated HCl solution with emphasis on $BiCl_6^{3-}$ specie

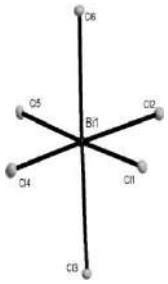
Khalfallah Soumaya [a], Montavon Gilles [b], Batis Narjés [a]

*a : Unité de recherche Catalyse, Electrochimie, nanomatériaux et leurs applications didactiques, CENAD, INSAT : Tunisia*
*b : Laboratoire de physique subatomique et des technologies associées : Subatech, école des mines de Nantes : France*

The early fundamental investigation of polonium chemistry was complicated by the absence of a stable isotope and availability of only extremely small quantities of this element. That's why the study of Po remains a challenge especially the use of spectroscopy methods which were excluded because of the manipulation of trace amounts. In 1956, Harvey V. Moyer had worked on the spectroscopy of Po. $PoCl_6^{2-}$ has been detected as the most stable specie for above 7M concentration of HCl.

$$Po^{4+} + 6Cl^- \text{----------} > PoCl_6^{2-}$$

Bismuth has similar properties to polonium. It is known as its homologue atom. In order to study the coordination sphere of polonium in concentrated HCl medium, we have used bismuth instead of Po because of its stability. The Bismuth in concentrated HCl medium gives different kinds of species such as: **$BiCl_4^-$ / $BiCl_5^{2-}$ / $BiCl_6^{3-}$/$Bi_2Cl_9^{3-}$ and $Bi_2Cl_{10}^{4-}$**. We have concentrated the study on $BiCl_6^{3-}$ specie in order to compare it with that formed by chlorine and polonium $PoCl_6^{2-}$. Two analytic techniques were used: the UV-absorption spectroscopy and the ICP-MS (Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry).




**Keywords:** polonium, spectroscopy of polonium, coordination sphere of polonium, bismuth, ICP-MS.

# IDENTIDICATION AND QUANTIFICATION OF PHENOLIC ACIDS AND FLAVONOIDS IN OLIVE MILL WASTE WATER FROM TWO TUNISIAN VARIETIES (Chetoui and Chemlali)

Maissa Khemakhem, Nabiha Bouzouita

*Ecole Supérieure des Industries Alimentaires de Tunis, 58, Avenue Alain Savary, 1003 Tunis, Tunisie Laboratoire de Chimie Organique Structurale: Synthèse et Etude Physicochimique – Faculté des Sciences de Tunis*

Olive mill waste water (OMWW) is a polluted by-product of olive oil production process. Nevertheless, OMWW is rich in a substantial amount of valuable phenolic compounds that can be extracted for industrial applications as food additives and pharmaceuticals.

The present study was aimed to chromatographic separation and quantification of bioactive compounds of OMWW extract. Polyphenolic compounds were recovered by means of liquid-liquid solvent extraction from OMWW of three phases processing of Chetoui and Chemlali cultivars.

The phenolic acids and flavonoids were identified at 280 nm and 340 nm respectively using the HPLC□ PAD method. The results indicate that the main phenolic compounds identified in both varieties were hydroxytyrosol, tyrosol, caffeic acid, ferulic acid, protocatechuic acid. Hydroxytyrosol was the most dominant compound in OMWW extract from Chemlali cultivar (13.14 g/100 g DW of extract) and it presented the higher value than Chetoui variety (0.94 g/100 g DW of extract). However, the amount of tyrosol was higher in OMWW extract from Chetoui fruit (1.187 g/100 g DW of extract). Rutin, luteolin and apigenin were the main flavonoids identified in OMWW extracts. The amount of luteolin was respectively 2.14 g/100 g and 0.562 g/100 g DW of extract for OMWW from Chetoui and Chemlali cultivars. Apigenin was also higher in the OMWW extract from the Chetoui cultivar (0.235 g/100 g DW of extract).

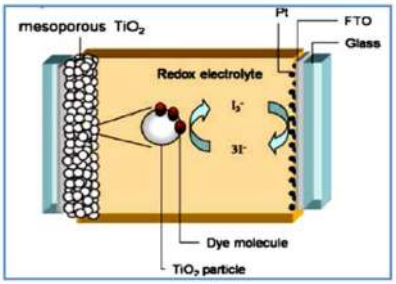
**Keywords:** oil mill waste water, Phenolic acids, flavonoids, HPLC□ PAD.

# Mechanistic study on the functioning of dye sensitized solar cells DSSC

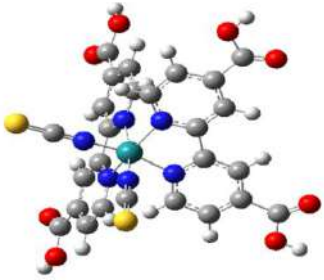
Kouki Nouha; Tangour Bahoueddine

*Université de Tunis El Manar , Unité de Recherche de modélisation en sciences fondamentales et didactiques*

Dye-sensitized solar cells (DSSC) based on nanocrystalline $TiO_2$ films have attracted intense interest for scientific and industrial applications owing to their relatively high solar energy conversion efficiency and low production cost. The development of sensitizers for DSSCs is has become important since sensitizers play a key role in improving the solar cell's light-harvesting performance. The most efficient sensitizers studied so far are some ruthenium complexes chemisorbed on the $TiO_2$ surface.




Scheme of DSSC



Dye optimized structure

We reported on some ruthenium (II) complexes having different ligands and ancillary groups and showed its remarkable light-harvesting properties in the visible region of the solar spectrum. The geometric, electronic and spectroscopic properties of various dyes have been studied using DFT and TD-DFT methods. The level of theory used has made it possible to correctly reproduce the absorption spectra of different dyes.

The aim of this study of ruthenium complexes is to select the best candidates for use in the DSSC based on ligands and inking groups.

**Keywords :** DSSC, ruthenium complexes, DFT

# FABRICATION AND STUDY OF THE HYDRATION OF SOME SAMPLES OF HRS CEMENT

Islem LABIDI, Mohamed ELMAAOUI and Adel MEGRICHE

*Laboratory of applied Mineral chemistry, Department of Chemistry, Faculty of Sciences of Tunis, University of Tunis El Manar, 2092 El Manar I, Tunis, Tunisia.*
E-mail address: engislem@gmail.com

The hydration of cement is a highly exothermic reaction which is accompanied by a release of heat, this heat is more, the more we risk of concrete cracking, which make the cement matrix exposed to the penetration of agents aggressive such as sulfate ions, or sulfate attack. To fight against this type of chemical attack, cements HRS is used in the construction of concrete.

According to the Tunisian NT 47.26 (1998) standard, cements HRS hydraulic binders for work in environments with high content of sulfate ions such as sea water, soils rich in gypsum. These cements have very special mineralogical composition ($C_3A \leq 3\%$ and $2\ C_3A + C_4AF \leq 20\%$)that allows the concrete to confer increased resistance to the aggression of sulfate ions in the socket and thereafter. Today, in most and cement industries, so that we can make a cement according to standard HRS they weaken the C3A content by increasing the iron and maintaining the same cement components, but these cements with very high heats of hydration and subsequently their actual saline water resistance remains low. That's what the standard should be used to the heat of hydration and not only the chemical composition and the condition $2\ C_3A + C_4AF \leq 20\%$ did not seem sufficient.

In this context, we have manufactured various forms of cement HRS raw powder from the plant-specific cements Bizerte raw materials, while relying on a program of calculating raw EXCEL that we developed. Then, we tried to make the clinkers of these different combinations laboratory scale raw HRS.

Clinkers obtained are processed by XRF to determine its chemical composition and XRD to study the mineralogical phases ($C_3A$, $C_4AF$, $C_2S$ and $C_3S$). As regards the study of the cement hydration, we performed several tests hydration of Portland cement by means of a precision microcalorimeter, which gives the quantity of heat released as a function of time.

**Key words:** HRS, clinker, sulfate attack, hydration of cement, mineralogical composition, mineralogical phase.

# SYNTHESE DE 2-AMINO-3-CYANO-6-PHOSPHONOETHYLPYRANES

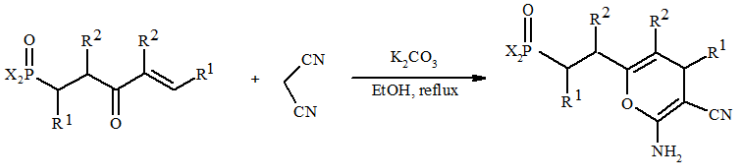
Imen LAMOUCHI et Soufiane TOUIL

*Laboratoire de Chimie Organique des Hétéroéléments, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Jarzouna (Tunisie)*

Ces dernières années, le développement de nouvelles méthodologies de synthèse de composés hétérocycliques fonctionnalisés a reçue une attention considérable. Citons l'exemple des aminonitriles pyraniques qui ont montré des activités biologiques intéressantes notamment comme agents antibactériens[1], antifongiques[2] et antihyperglycémiques[3].

Encouragés par ces résultats, nous rapportons ici une voie d'accès simple et efficace à une nouvelle famille de phosphonopyranes phosphonatés de type **2**, en partant des γ-céto-δ-alcénylphosphonates et phosphinoxydes **1**.

La condensation mole à mole des composés **1** avec le malononitrile, réalisée à reflux d'éthanol, en présence de carbonate de potassium comme base, nous a permis d'accéder aux 2-amino-3-cyano-6-phosphonoéthylpyranes **2** avec des rendements satisfaisants (Schéma 1).




**1** **2**

Schéma 1

**Mots clés:** Phosphonopyranes, hétérocycles; γ-céto-δ-alcénylphosphonates.

**Références :**

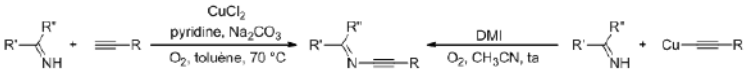
[1] N. Martin, A. Martinez-Grau, C. Seoane, *J. Heterocyclic Chem.*, **1996,** *33*, 27-31**.**
[2] M. M. Ghorab, S. M. Abdel-Gawad, M. S. A. El-Gaby, *Ilfarmaco*, **2000,** *55*, 249-255,**.**
[3] F. V. Singh, A. Parihar, S. Chaurasia, A. B. Singh, S. P. Singh, A. K. Tamarakar, A. Srivastava, Goel, *bioorg.Med. Chem. Lett.*, **2009,** *19*, 2158-2161**.**

# Synthèse et étude de quelques aspects de la réactivité des ynimines

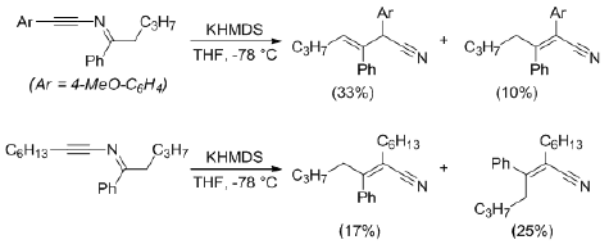
Anouar Laouiti[a,b], François Couty[a] , Taoufi Boubaker[b], Gwilherm Evano[a]

*[a)] Université de Versailles St-Quentin en Yveline, Bâtiment Lavoisier*
*[b)] Laboratoire de Chimie organique hétérocyclique, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Monastir*

Les ynimines sont des composés de la famille des alcynes azotés, facilement préparés par deux méthodes : une première méthode consiste en un couplage entre un alcyne vrai et un imine en utilisant comme catalyseur le chlorure de cuivre (II) [1] et une deuxième méthode, basée sur un couplage direct entre un alcynure de cuivre et un imine à température ambiante [2].




La réactivité de ces composés est très peu étudiée en chimie organique. La réaction de métallation des ynimines avec le KHMDS a conduit à des nitriles insaturés [3].




**Mots clés:** alcyne azoté, ynimines,

## References

[1] Laouiti, A.; Rammah, M. M.; Rammah, M. B.; Marrot, J.; Couty, F; Evano, G. *Org. Lett.* **2012**, *14*, 6.
[2] Laouiti, A.; Jouvin, K.; Bourdreux, F.; Rammah, M. M.; Rammah, M. B.; Evano, G. *Synthesis*. **2012**, *44*, 149.
[3] Laouiti, A.; Couty, F.; Marrot, J.; Boubaker, T.; Rammah, M. M.; Rammah, M. B.; Evano, G. *Org. Lett.* **2014**, *16*, 2252.

# Modification chimique des nanoparticules de silice utilisées comme charge dans les mélanges de polymères

Hana LOUATI [a], Jean Charles MAJESTE [b], Mohamed JAZIRI [a]

*[a)] Laboratoire Electrochimie et Environnement, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax, Université de Sfax ; Tunisie*
*[b)] Ingénierie des Matériaux Polymères, Laboratoire de Rhéologie des Matières Plastiques (IMP/LRMP), UMR-CNRS 5223, Université Jean Monnet, France*

L'incorporation des nano-charges dans les mélanges de polymères peut jouer deux rôles très importants ; d'une part, l'amélioration de diverses propriétés (mécaniques, barrières, thermiques, électriques…) et d'autre part, la modification de la miscibilité/compatibilité ainsi que de la morphologie des mélanges.

Le mécanisme d'action des nanoparticules pour modifier la morphologie, les propriétés interfaciales, et la performance des mélanges de polymères immiscibles se base sur leur localisation, leurs interactions avec les composants de polymère, ainsi que leur façon de se disperser à l'intérieur du mélange.

Cependant, la plupart des charges minérales ne sont pas compatibles avec les polymères. Afin de pallier ce problème, on s'intéresse à la fonctionnalisation des particules par des groupements organiques, dans le but d'en moduler les propriétés physiques et/ou chimiques de façon contrôlée.

Ce travail consiste, dans une première étape, à modifier chimiquement la surface des nanoparticules de silice par un organosilane ayant trois pieds réactifs. Une étude des différents paramètres influant la chimie de surface des nano-charges tels que le taux de silane, le solvant et la taille des nanoparticules a été menée. Une caractérisation par analyse thermogravimétrique a été réalisée afin de quantifier le taux de greffage.

Des matériaux composites [(PS/PDMS)/$SiO_2$] à matrice mélange de polymères immiscibles (polystyrène et polydiméthylsiloxane) et à charge nanoparticules de silice modifiées ont été élaborés à l'état fondu dans un mélangeur interne. Des observations morphologiques au MEB sur des faciès de rupture des diverses formulations ont été effectuées ; elles nous ont permis d'apprécier l'évolution de la structure des matériaux élaborés, de contrôler la morphologie des mélanges et d'obtenir des informations plus fiables sur la cinétique de migration des particules dans les différentes phases.

**Mots clés**: mélange de polymères immiscibles, nano-charges, modification chimique.

# Effet de l'irrigation par les eaux usées traitées sur le rendement et la composition chimique d'*Eucalyptus camaldulensis Dehnh.* cultivée au Sud Tunisien

Aya MAALOUL[1], Ezzeddine SAADAOUI[2], Mehrez ROMDHANE[1]

*1. Unité de rcherche : Environnement, Catalyseur, et Analyse des Procédés, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gabès. Rue Omar elkhattab-Zrig - 6029 Gabès – Tunisie.*
*2. Station Régionale de Gabès. INRGREF – LGVRF – Université de Carthage*

Eucalyptus camaldulensis (Myrtaceae) est une espèce aromatique et médicinale très utilisée pour ses vertus thérapeutiques. Grâce à ses huiles essentielles, elle possède un large spectre d'activité biologique, y compris l'activité antimicrobienne, antifongique, anesthésique et astringente.
Le présent travail s'intéresse à l'étude de l'effet de l'irrigation par les eaux usées traitées De la zone urbaine de la ville d'El Hamma sur le rendement et la composition chimique des huiles essentielles de feuilles de jeunes plants d'E. camaldulensis cultivés dans la ville d'El Hamma et la station de l'ONAS et irrigués respectivement par les eaux usées traitées et des eaux ordinaires. L'extraction des huiles essentielles a été faite par la méthode d'hydro distillation suivi par une analyse chimique par GC/MS.
Le rendement en huiles essentielles est de 1.22 à 3% respectivement pour les plants irrigués aux eaux ordinaires et ceux irrigués aux eaux usées traitées. L'analyse chromatographique par GC-MS nous a permis d'identifier plusieurs constituants majoritaires. Ces résultats préliminaires reflètent un effet bénéfique de l'irrigation aux eaux usées sur le rendement en huiles essentielles d'E. camaldulensis

**Mot clés** : eaux usées traitées, Eucalyptus camaldulensis, huiles essentielles, composition chimique.

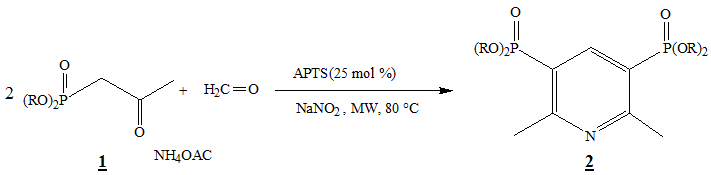
# NOUVELLE SYNTHESE DE 3,5-DIPHOSPHONYLPYRIDINES

Haithem MAHJOUB[1], Chris STEVENS[2] et Soufiane TOUIL[1]

[1]*Laboratoire de Chimie Organique des Hétéroéléments, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Jarzouna (Tunisie)*
[2]*SynBioC research group, Department of Sustainable Organic Chemistry and Technology, Ghent University, Belgium*

En raison de l'intérêt croissant accordé aux bisphosphonates, pour leurs activités thérapeutiques remarquables[1,2], nous avons pensé qu'en développant de nouvelles méthodologies permettant l'accès à de nouveaux hétérocycles bisphosphoniques symétriques, nous serions en mesure de trouver des applications intéressantes en chimie organique et médicinale. Nous nous sommes alors intéressés, dans ce travail, à la synthèse d'une série de 3,5-diphosphonylpyridines symétriques de type **2**, via une réaction multi-composants entre les β-cétophosphonates **1**, le paraformaldéhyde et l'acétate d'ammonium, en présence d'acide paratoluènesulfonique comme catalyseur et de nitrite de sodium en guise d'agent oxydant. La réaction a été réalisée dans l'éthanol comme solvant, sous micro-ondes, à 80 °C. Les rendements enregistrés sont de l'ordre de 60% (Schéma 1).

La structure des composés **2** synthétisés a été confirmée par spectroscopie IR et de RMN $^{1}H$, $^{13}C$ et $^{31}P$ et par spectrométrie de masse.




**1** **2**

**Schéma 1**

**Mots clés:** 3,5-diphosphonylpyridines; β-cétophosphonates; réactions multi-composants; bisphosphonates.

## Références

[1] The Chemistry of Organophosphorus Compounds: Ter- and Quinque-Valent Phosphorus Acids and Their Derivatives in Patai's Chemistry of Functional Groups, ed. by F. R. Hartley, John Wiley & Sons, Ltd., New York, 1996, Vol. 4.

[2] a) R. G. G. Russell, *Bone* **2007**, 40, S21. b) F. H. Ebetino, M. D. Francis, M. J. Rogers, R. G. G. Russell, *Rev. Contemp. Pharmacother.* **1998**, 9, 233. c) S. A. Gittens, G. Bansal, R. F. Zernicked, H. Uludağ, *Advanced Drug Discovery Reviews, Elsevier, Oxford*, **2005**, *Vol. 57, p. 1011.*

# Biomarkers characterization of Devonian, Basin Ghadames, southern Tunisia

Sawssen Mahmoudi[a,b], Moncef Saidi[b], Anis Belhaj Mohamed[b] andFarhat Rezgui[a]

[a] *Laboratoire de Chimie Organique Structurale et Macromoléculaire, Faculté des sciences de Tunis- Campus Universitaire 2092 Tunis, Tunisie.*
[b] *Entreprise Tunisienne d'Activités Pétrolières- 54, Av. Med V, Tunis-Tunisia.*

Depositional environment and source potential of the different organic rich levels of Devonian age (up to 990m thick) from the onshore EC-1 well (southern Tunisia) were investigated using different geochemical techniques (Rock-Eval pyrolysis, GC, GC-MS) of over than 130 cutting samples. The obtained results including Rock Eval Pyrolysis data and biomarkers distribution (terpanes, steranes and aromatics) have been used to describe the depositional environment and to assess the thermal maturity of the Devonian organic matter. These results show that:

The Emsian deposits exhibit poor to fair TOC contents. The associated organic matter is composed of mixed kerogen (type II/III), as indicated by the predominance of C29 steranes over C27 and C28 homologous, that was deposited in a slightly reduced environment favoring organic matter preservation. Thermal maturity, assessed from Tmax, TNR[1] and MPI-1[2] values, shows a mature stage of organic matter.

The Middle Devonian (Eifelian) shales are rich in type II organic matter that was deposited in an open marine depositional environment. The TOC values are high and vary between 2 and 7 % indicating good to excellent source rock. The relatively high IH values (reaching 547 mg HC/g TOC) and the low values of t19/t23 ratio (down to 0.2) confirm the marine origin of the organic matter (type II). Furthermore, biodegradation study which was conducted within aromatic biomarkers and diamonoid underlines that the most of samples are slightly biodegraded.

During the Upper Devonian, the OM was deposited under variable redox conditions, oxic to suboxic which is clearly indicated by the low C35/C34[3] hopanes ratio. Most of the samples are thermally immature to marginally mature with the vitrinite reflectance ranging from 0.5 to 0.7 $R_0$ and Tmax value of 426°C-436 °C. The TOC values range between 0.8% to 4% with the maximum in the depth 2920m. Higher TOC content is recorded in black shale (up to 4%) whereas the sandstone facies show a lower mean values (0.8% on average).

**Key words:** Depositional environment, Biomarker, Devonian, Rock-Eval pyrolysis

---

1- Alexander, R., Kagi, R. I., Rowland, S. J., Sheppard, P.N., Chirila, T.V**. (1985).** The effects of thermal maturity on distributions of dimethylnaphthalenes and trimethylnaphthalenes in some ancient sediments and petroleums. *Geochimica et Cosmochimica Acta 49*, 385–395.

2- Radke, M., Welte, D. H.,Willsch,H. **(1982)**, Geochemical study on a well in the western Canada Basin: relation of the aromatic distribution pattern to maturity of organic matter. *Geochimica and Cosmochimica Acta 46*, 1-10.

3- Peters, K., E., Moldowan J. M**. (1993**) The Biomarker Guide: Interpreting molecular fossils in petroleum and ancients sediments, Prentice Hall, U.S.A., 355p.

# PROFILS DE TEMPÉRATURE ET DE CONVERSION D'UNE RÉACTION DE POLYMÉRISATION DANS UN RÉACTEUR TUBULAIRE

Marghsi Mohamed

*Laboratoire de Préparations, Modifications et Applications des Matériaux Polymères Multiphasiques(LMPMP), Université Ferhat-Abbas - Sétif 1 - Algérie*
E-mail : m_marghsi@yahoo.fr

Nous avons traité par simulation la polymérisation de l'éthylène sur une gamme de température et de pression en nous basant sur les mécanismes des procédés de polymérisation radicalaire. Les résultats de plusieurs tests, dans des conditions similaires à celles d'une polymérisation à l'échelle industrielle, sont présentés. Les influences de la température d'alimentation initiale $\mathbf{T_0}$, et la pression totale $\mathbf{P_t}$, sur les profils de température et du taux de conversion sont analysés pour prédire le comportement et la performance du réacteur chimique tubulaire considéré.
L'effet de l'augmentation de la température $\mathbf{T_0}$ a pour conséquence une diminution de $\mathbf{T_c}$ (point chaud) apparue à l'entrée du réacteur ainsi qu'une amélioration de la conversion. L'effet contraire est observé pour la pression $\mathbf{P_t}$ où l'augmentation de cette dernière a pour conséquence une augmentation rapide de $\mathbf{T_c}$ et une diminution de la conversion. La gamme de pression et de température a été limitée par les performances du système, où il faut à la fois : travailler à des températures, où la réaction est très rapide et éviter de trop excéder la pression, conditions qui autorisent une bonne conversion à partir de laquelle le polymère obtenu est peu cristallin et moins dense.

**Mots clés :** Modélisation, Simulation, Réacteur tubulaire, Modèle bidimensionnel, pseudo homogène, Polyéthylène basse densité.

**Réferences:**

[1] D. M Kim, P. D. Iedema, « Molecular weight distribution in low-density polyethylene Polymerization:impact of scission mechanisms in the case of a tubular reactor" *Chem. Eng. Sci*. 59(**2004**) 2039-2052

[2] D. M. Kim, M. Busch, H. C. J. Hoefsloot, P. D. Iedema, « Molecular weight distribution modeling in low-density polyethylene polymerization : impact of scission mechanisms in the case CSTR" *Chem. Eng. Sci*. 59(**2004**) 699-718

# Synthesis and characterization of bismuth ferrite $BiFeO_3$ by hydrothermal method

Arij MARZOUKI[a], Adel MEGRICHE[a], Karim ZEHANI[b], Lotfi BESSAIS[b].

[a)] *Laboratory of Applied Mineral Chemistry (UR 11ES18), Faculty of Sciences of Tunis, University of Tunis El Manar, 2092, Tunis, Tunisia.*
[b)] *ICMPE-CMTR, CNRS UMR 7182, 2-8, rue H. Dunant, 94320 Thiais, France.*
marzouki_arij@yahoo.fr

Multiferroic are a group of materials that shows several types of ferroic properties such as ferroelectric, ferromagnetism and ferroelastic property in the same phase simultaneously. In the ferroelectric-ferromagnetic multiferroics, the magnetization can be adjusted by an applied electric field and the electric polarization by an applied magnetic field.

The magnetoelectric effect (ME) of of multiferroic materials involve significant potential in technological applications of the multifunctional devices such as the transistor gate at high temperature, the memory devices and the electronics spin**[1-3]**.

In this work, we are particularly interested in the synthesis of $BiFeO_3$ by the hydrothermal method. The analysis by X-ray diffraction confirmed that the crystallites of $BiFeO_3$ have a perovskite structure belonging to the space group R3c.

An analysis by scanning electron microscopy has shown that the $BiFeO_3$ is well crystallized with an average diameter of the grain sizes around a few nanometers.

Differential thermal analysis (DTA) and differential scanning calorimetry (DSC) of $BiFeO_3$ powders were respectively confirmed the ferroelectric and the antiferromagnetic behavior of the samples.

Finally, as perspectives, we plan to investigate the variation of electrical polarization as function of applied electric field and the variation of the magnetization as function of applied magnetic field.

**Key words:** Multiferroic , magnetism, ferroelectricity.

## References

**[1]** A.Y. Kima, S.H. Hanb, H.-W. Kang b, H.-G. Lee b, J.S. Kima, C.I. Cheon, 'Dielectric and magnetic properties of $BiFeO_3$ ceramics prepared by hydrothermal synthesis', Ceramics International, 38, 397–401, (2012).

**[2]** J. Zou, J. Jiang, Y. Zhang, J. Ma, Q.Wan, 'A comparative study of the optical, magnetic and electrocatalytic properties of nano $BiFeO_3$ with different morphologies', Materials Letters, 72, 134–136, (2012).

**[3]** S. H. Hana, K. S. Kim, H. G. Kim, H. G. Lee, H. W. Kang, J. S.Kim , C. Cheon, 'Synthesis and characterization of multiferroic $BiFeO_3$ powders fabricated by hydrothermal method', Ceramics International, 36, 1365–1372, (2010).

# Study of the degradation and yellowing of the PET after recycling

Fatma MASMOUDI[a,b,c]*, Françoise FENOUILLOT[a],
Emna AMMAR[b], Mohamed JAZIRI[c]

[a)] *Polymer Materials Engineering (IMP@INSA Lyon)*
[b)] *Research Unit Urban and Coastal Environments, National Engineering School of Sfax*
[c)] *Laboratory Electrochemistry and Environment,National School of Engineers of Sfax*

PET flakes after washing, grinding and drying may still contain impurities consisting of polymers of a different nature than PET and also PET from various sources. Among these flakes some of them turns yellow after one hour in a Steam room at 220°C (This steaming is a quality control which is daily realized in the company VALORFLAKES to qualify produced lots).
To try to understand this phenomenon of yellowing we focus on a comparative study between the washed PET and the stewed PET with different techniques: RMN, IR, DSC, ATG and IV (index of viscosity).
As a result we can say that this yellowing can be caused by the additives and catalysts added during the synthesis of PET or by a thermo degradation during recycling.

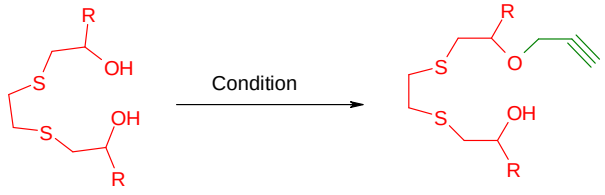
**Key words:** recycling, yellowing of PET, thermo degradation.

# Synthesis of ω-acetylenic alcohols *from β,β'*-dihydroxy dithioethers

Atef Mayoufi[a], Moufida Romdhani Younes[b], M. Moncef Chaabouni[c]

*Université Tunis-El Manar, Laboratoire de Chimie Organique Structurale et Macromoléculaire, Faculté des Sciences de Tunis, Département de chimie, Campus Universitaire, 2092 El Manar I*
mayoufiatef@yahoo.com[(a)],moufida.romdhani@gmail.com[(b)],medmoncef50@gmail.com[(c)]

Acetylenes are versatile intermediates in synthetic organic chemistry, because the alkyne group can be converted into several other types of groups**[1]**. The 1,3-dipolar cycloaddition of azides with alkynes , has been attracted much attention because the synthetic importance of the five-membered [1,2,3]-triazole heterocycles**[2]**.
Chemical modification of $\beta,\beta'$-dihydroxy dithioethers, especially the introduction of the reactive unsaturated moieties, particularly acetylenic , opens new alternative synthetic chemistry, and opportunities for structure**[3]**. The synthetic strategy for ω-acetylenic alcohols derived from β, β′-dihydroxy dithioethers is schematically shown in Scheme .




1a - e 2 a - d

R = $CH_3$(a) , $CH_3CH_2$(b) , $C_6H_5$(c) , $C_6H_{10}$(d)

**Scheme**

**Key words:** Acetylene: ***β,β'***-dihydroxy dithioethers, ω-acetylenic alcohols.

**Références :**

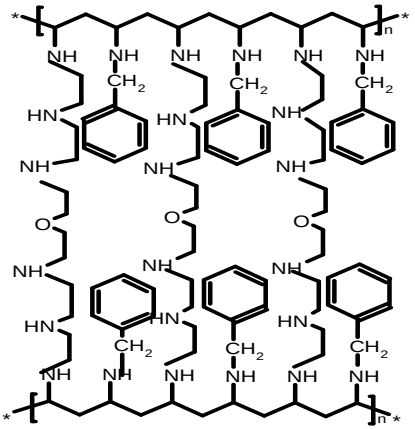
**[1]** Tahir, M. N.; Lämmerhardt, N.; Mischnick, P. Carbohydr. Polym. (2012), 88, 154.
**[2]** (a) Katritzky, A. R.; Zhang, Y.; Singh, S. K. Heterocycles (2003), 60, 1225; (b) Wang, Z.-X.; Qin, H.-L. Chem. Commun. 2003, 2450.
**[3]** Pascal F. Tankam,a,b Petra Mischnick,b, Henning Hopfa, and Peter G. Jonesc Carbohydrate Research (2007) ,342 , 2031

# ADSORPTION OF METALS CATIONS BY MODIFIED PVC THROUGH AQUEOUS SOLUTIONS

F. MBARKI * and F. MEGANEM*

**Laboratory of Organic Synthesis. Carthage University. Faculty of Science of Bizerte, 7021 Jarzouna, Bizerte, Tunisie.*
* faouzi.meganem@yahoo.fr

The polyvinyl chloride is the most used plastics in the world thanks to their thermal and physical properties [1-2]. The polymer has been subjected to many changes, mainly chemical modification [3]. In this work we substituted PVC with amino groups (aromatic and aliphatic) then we finished by reticulation of dichlorodiethyl ether. The obtained structure of $P_1$ was proved by the different techniques of physicochemical analysis: IR spectroscopy, DSC and elemental analysis. The modified polymer by different groups was tested for his extracting properties of some metals (Cu, Zn, Cd, Pb). The study of this extraction with modified PVC was followed by measuring electrical conductivity and atomic absorption.



**$P_1$**

**Key words:** PVC, chemical modification, extraction.

1. K. Endo, *Prog. Polym. Sci*, 27, **(2002)**, 2021
2. W.L. Semon, G.A. *Stahl, History of polymer science and technology*, New York: Marcel Dekker, **(1985)**.
3. E. Maréchal, in: *Comprehensive Polymer Science*, Vol. 67, (**1989**), G. C. Eastmond, A. Ledwith, S. Russo, P. Sigwalt, (Eds.), Pergamon, Oxford, Chapter 1, pp. 1Y47.

# OPTIMIZATION DE L'ELIMINATION DES IONS SULFURES PAR UN ADDITIF NATUREL

MECHI Lassaad, AZIZI Mohamed,
TRABELSI Ismail et BEN AMOR Mohamed

*Centre de Recherches et Des Technologies Des Eaux, Technopole de Borj Cedria*

L'hydrogène sulfuré est un gaz incolore à odeur caractéristique d'œufs pourris, issue par plusieurs procédés industriels et mécanisme naturels. Compte tenu de sa toxicité à caractère fatal et sa corrosivité induisant à des dégâts énormes pour le matériel de travail, il est indispensable de l'éliminer.
Dans ce contexte, le présent travail sert à étudier une technique d'élimination du $H_2S$ dissout dans l'eau par l'ajout d'un additif naturel (l'alfa).

**Mots-clés :** sulfure d'hydrogène, gaz acide, alfa, lignine, élimination

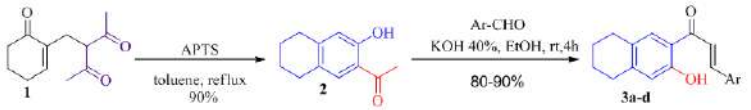
# TOWARDS FLAVANONES AND FLAVONES FROM FUNCTIONALIZED TETRAHYDRONAPHTALENES

Ahmed Meddeb and Farhat Rezgui

*Université de Tunis El Manar, Faculté des Sciences, Laboratoire de Chimie Organique Structurale Campus Universitaire 2092 Tunis*
E-mail : rez_far@yahoo.fr

Flavonoids such as flavones and flavanones are a class of natural products isolated from a wide range of vascular plants. Their extensive spectrum of biological activities, including anti-cancer and anti-bacterial ones, have attracted considerable interests in medicinal chemistry.[5]

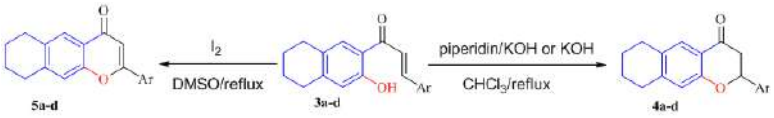
As part of the synthesis of novel heterocyclic compounds exibiting pharmacological interest, we have developed an efficient two-step sequence for the synthesis of a new series of flavanones **4a-d** and flavones **5a-d**, using the tetrahydronaphtalene **2,** previously prepared through a Robinson annulation of the δ-diketone **1**.[1, 2]




a. Ar = $C_6H_5$; b. Ar = 2-$ClC_6H_4$; c. Ar = 2-$BrC_6H_4$; d. Ar = 4-$NO_2C_6H_4$

The first synthetic step provided access to chalcones **3a-d** *via* a Claisen-Schmidt condensation between the tetrahydronaphtalene **2** and various aromatic aldehydes using potassium hydroxide in ethanol at room temperature.[3]

In the second step, favanones **4a-d** have been prepared via an intramolecular oxa-Michael addition on **3a-d** in the presence of potassium hydroxide or both piperidine and potassium hydroxide in chloroforme**.** Alternatively, the reaction of **3a-d** with diiode in refluxing DMSO, afforded flavones **5a-d** in high yields.[4,5]




1. Rezgui, F.; El Gaied, M. M. *Tetrahedron Lett*. **1998**, *39*, 5965.
2. Jmour, A. ; Rezgui, F. *J. Chem. Res*. **2009**, 643.
3. Rajendra Y.; Ravi, P.; Asha, CH.; Venkata, M. *E-Journal of Chem.***2006**, 3, 236.
4. Koichi, T.; Teizo, S. *Green chem.***2001**, 3, 133.
5. M. Cabrera et al. *Bioorg. Med. Chem*. **2007**, 15, 3356.

# THE USE OF AMORPHOUS CEMENT POWDER AS ADMIXTURE TO THE PORTLAND CEMENT COMPOSITE

Rokaya Mejdoub [a], Halim Hammi[a], Mohamed Khitouni [b], Adel Mnif [a]

*[a)] Useful Materials Valorization Laboratory, National Centre of Research in Materials Science; Technologic Park of Borj Cedria*
*[b)] Laboratory of Inorganic Chemistry, UR-11Es-73, FSS, University of Sfax, B.P. 1171, 3018-Sfax, Tunisie. (a)*

The present work shows the results of preparing and using Amorphous Cement Powder (ACP), obtained by High-Energy Ball Milling (HEBM), as a binder material addition with no extra admixtures of different chemical composition to improve the properties of the resulting Portland Cement Composite (PCP).

The process of nanocrystalline structure formation during mechanical milling was investigated in Portland cement powders. An amorphous solid solution was obtained with increasing milling time. The transformations occurring in the material during milling were studied with the use of X-ray diffraction, thermal analysis (DTA and TGA) and Compressive tests to exhibit the characteristics of the new composite.

**Key words:** Amorphous Cement Powder (ACP), Cement Portland Composite (CPC), High-Energy Ball Milling (HEBM).

# ANALYSES DES RESIDUS DES BIPHENYLES POLYCHLORES (PCB) DANS UN ORGANISME MARIN CLOVISSES (*Rudipates decussatus* ) PAR CHROMATOGRAPHIE PHASE GAZEUSE (CPG-ECD)

Mekni Sabrine**,** Bouabdallah Sondes, Soufianne Touil

*Laboratoire de chimie organique des héteroélements, Département de chimie, Université de Carthage, Faculté des sciences de Bizerte, 7021 zarzouna Tunisie*

This study is to develop a protocol interested to analyse the residue of 12 congeners of polychlorinated Biphenyls in marine organisms by gas chromatography. The species studied is the clams ‘*’Ruditapes decussatus’’* collected from the Bizerte lagoon. This study has allowed us to become familiar with several techniques and methodologies for analysis of organic compounds. We compared two treatment protocols lipid extracts one is based on the saponification and the attack acid on the other followed by purification by adsorption chromatography on a column of florisil. Finally the gas phase chromatographic analyzes were performed on a capillary column with an electron capture detector [1]. The total PCB contents recorded by the hydrolysis of the fat allow better recovery than the acid attack. Levels of PCBs measured in samples Clams from two sampling sites shown a general contamination with variable levels. The highest concentrations for important chlorinated congeners in relation to their elevate bioaccumulation and non metabolism of these compounds [2].

**Keywords:** PCB, Clams, GC-ECD, saponification, attack acid.

## References

**[1]** Giuliana, B., Giuseppe, N., Dominga, B., Giuseppe, A., Achille, P., Tommaso, R., *Chemosphere*., **(2008)**,73,104–112

**[2]** Wan, Y., Liu, F., Wiseman, S., Zhang, X., Chang, H., Hecker, M., Jones, P.D., Lam, M.H.W., Giesy, J.P. *Environ. Sci. Technol*.,**(2010)**, 44, 8729-8735

# NEW PROPOSED EQUATION FOR STUDY OF THE RHEOLOGICAL PROPERTIES OF KETCHUP

N. Dhouibi[a], A. Messaâdi[a], H. Hamda[b], D. Das[c], N. Ouerfelli[d], A.H. Hamzaoui[a].

*[a)] Laboratoire de Valorisation des Matériaux Utiles, Centre National des Recherche en Sciences des Matériaux, B.P.95, 2050 Borj Cédria Hammam Lif, Tunisia.;*
*[b)] Laboratoire d'Ingénierie Mathématique, Ecole Polytechnique de Tunisie, Université de Carthage, Rue El Khawarizmi, B.P.743, 2078 La Marsa, Tunisia.*
*[c)] Department of Chemistry, Dinhata College, North Bengal* University, *Dinhata-736135, Cooch-Behar, West Bengal, India.;*
*[d)] Université de Tunis El Manar, Laboratoire Biophysique et de Technologies Médicales LR13ES04, Institut Supérieur des Technologies Médicales de Tunis, 9 Avenue Dr. Zouhaier Essafi 1006 Tunis, Tunisie.;*

The aim of this study was to suggest a new empirical equation to study the rheological properties of ketchup with different botanical origin, as a thickener for sauces, ketchup type. The material consisted of natural starches: waxy maize, corn and potato, modified with a crosslinker comprising acetic anhydride and adipic acid. Research on: rheology, color, texture and acidity of the finished product. It was found that all the sauces in terms of rheological fluids were pseudoplastic flow from abroad. The biggest apparent viscosity was characterized by ketchup with the addition of waxy maize starch, then: with potato starch and corn. Texture profile parameters studied sauces differed slightly from the parameters of commercial ketchups, and the largest differences occurred in the hardness and adhesiveness. The use of resistant starch preparations for sauces had a positive effect on their color. Botanical origin of starch had no effect on the pH of the tested products [1-3].

The proposed equation is in a good agreement with the experimental data and is generally better than the previous empirical equation such as Ostwalda de Waele'a, Herschela-Bulkleya and Cassona.

**Key words:** Modeling, rheology, viscosity, pseudoplastic flow, ketchup.

## References

[1] Bourne M.C.: Food Texture and Viscosity. Concept and Measurement. Academic Press, London 2002.
[2] Sahin H., Ozdemir F.: Effect of some hydrocolloids on the rheological properties of different formulated ketchups. Food Hydrocoll., 2004, 6 (18), 1015-1022.
[3] Fortuna T., Juszczak L., Stachura M.: Influence of acetylated distarch adipate on some rheological properties of ketchup. Pol. J. Food Nutr. Sci., 2002, 3 (11/52), 39-43.

# THE EFFECT OF THE EXTRACTION METHOD ON THE CHEMICAL COMPOSITION AND THE BIOLOGICAL ACTIVITIES OF THE ARTEMISIA CAMPESTRIS L. EXTARCTS

Metoui Rafika[a,b*], Bouajila Jalloul[b], Sylvie Cazaux[b], Neffati Mohamed[a], Ahmed Akrout[a]

[a)] *Laboratoire d'Ecologie Pastorale, Institue des Régions Arides, 4119 Médenine, Tunisie*
[b)] *Université de Toulouse, Université Paul-Sabatier, Faculté de pharmacie de Toulouse, Laboratoire des IMRCP UMR CNRS 5623, 118 route de Narbonne, F-31062 Toulouse, France*

The extracts obtained by cold maceration and under reflux methods of *Artemisia campestris* dried leaves successively in hexane, dichloromethane, ethyl acetate, butanol and water were analyzed to determine their contents of total polyphenols, total flavonoids , total tannins and anthocyanins, and to evaluate their antiradical and anti-inflammatory activities. The results of these analyses showed that the cold maceration method provides extracts containing the highest amount of flavonoids and polyphenols (592.64 mg quercetin equivalent/g dry extract and 345.82 gallic acid equivalent/g dry extract respectively) using ethyl acetate and butanol as solvents respectively, whereas the ethyl acetate extract obtained with under reflux method contained the highest amount of tannins (152.16 catechin equivalent/g dry extract). Besides, the butanol and dichloromethane extracts obtained by the cold maceration method exhibited the highest antiradical activity with concentration (50 mg/L) (IC50 = 15.14 and 15.85 mg/L respectively) with concentration (50 mg/L) whereas the ethyl acetate extract obtained with cold maceration method showed the strongest anti-inflammatory activity (Inhibition percentage = 19.59%).

These findings demonstrate that cold maceration method seems to be the best method for the extraction of bioactive compounds. All extracts obtained by this extraction method, except water and hexane extracts, could be a good source for the isolation of pure antioxidant biomolecules.

**Keywords:** *Artemisia campestris* ; Extraction ; Anti-inflammatory; Antioxidant

# INVESTIGATION OF SWELLING AND THERMAL BEHAVIOR OF POLY (N-HYDROXYMETHYLACRYLAMIDE-*CO*-ACRYLIC ACID) BASED HYDROGELS

F. LOUZRI, S. BENNOUR, F. METREF

*Laboratoire des matériaux polymères, Faculty of Chemistry, University of Sciences and Technology, Houari Boumediene, BP 32, El Alia, Algiers, 16111, Algeria.*

Hydrogels are the most promising types of polymers being used for new material development including biomaterials and are polymeric materials that do not dissolve in water at a physiological temperature and pH but swell considerably in an aqueous medium. Stimuli-sensitive hydrogels undergo volume changes in response to external stimuli, such as small changes in temperature, pH, ionic strength, electric field, light and so on [1,2].

The purpose of the present work is to elaborate, characterize and study of thermal behavior of hydrogels based on poly(N- hydroxymethylacrylamide-co-acrylic acid) with various compositions of acrylic acid, synthesized by radical cross-linking polymerization at 60°C in aqueous solutions, using N,N-methylene-bis-acrylamide (NMBA) and potassium persulfate (KPS) as cross-linking agent and initiator, respectively. Some results on the swelling properties of these hydrogels and on their thermal behaviour investigated by TGA will be presented.

1- K.Y. Lee, D.J. Mooney, Chem. Rev. **2001,**101, 1869-1879.
2- J. Kopecek, Eur. J. Pharm. Sci. **2003,** 20, 1-16.

# SYNTHESE MONOTOPE ET EFFICACE DE γ-AMINOPHOSPHONATES ET PHOSPHINOXYDES

Aicha MHAMDI, Aymen WAHBI et Soufiane TOUIL

*Laboratoire de Chimie Organique des Hétéroéléments, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Jarzouna (Tunisie).*

Ces dernières années, la synthèse des γ-aminophosphonates a reçu un intérêt croissant en raison de leurs activités pharmacologiques prometteuses. Plusieurs méthodes de synthèse ont été développées dans le but d'obtenir les γ-aminophosphonates. Parmi eux, l'amination réductrice des γ-cétophosphonates, en utilisant les hydrures métalliques comme agents réducteurs, est l'un des procédés les plus performants [1,5], mais les hydrures utilisés ($NaBH_3CN$, $NaBH(OAc)_3$) soulèvent de nombreux problèmes liés à leur toxicité, leur sensibilité aux solvants « verts » tels que l'eau et l'éthanol et leur faible réactivité, ce qui limite l'exploitation de ces méthodes en synthèse organique et bio-organique. Pour toutes ces raisons, des méthodes synthétiques supplémentaires, donnant de meilleurs rendements et évitant les hydrures et les solvants dangereux, sont exigées pour obtenir une variété plus large de γ-aminophosphonates.

Dans le cadre de cette orientation, nous rapportons ici une méthode simple et efficace pour l'accès aux γ-aminophosphonates et phosphineoxydes, qui est basée sur l'amination réductrice des γ-cétophosphonates, et qui fait intervenir le borohydrure de sodium, peu couteux et respectueux de l'environnement comme agent réducteur, dans l'éthanol comme solvant (Schéma 1). Cette méthodologie de synthèse verte et monotope, peut être exploitée pour la génération de nouvelles librairies de γ-aminophosphonates diversement substitués utilisables dans le dépistage biologique.

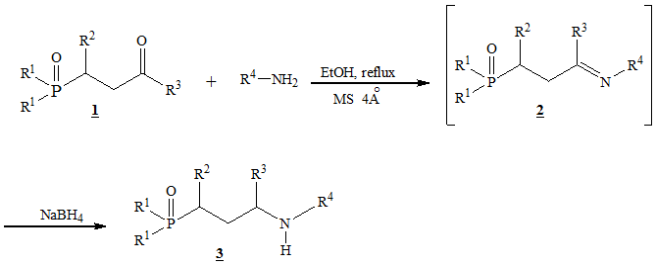



**Schéma 1**

**Mots clés :** Amination réductrice, synthèse monotope, γ-aminophosphonates, phosphinoxydes

## Références

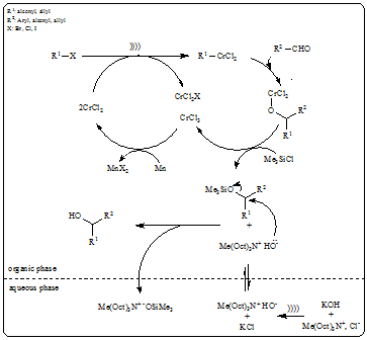
[1] Fabre, G.; Collignon, N.; Savignac, P.; *Can. J. Chem*, **1981**, *59*, 2864.
[2] Logusch, E. W.; *Tetrahedron Lett*, **1986**, *27*, 5935.
[3] Crooks, S. L.; Robinson, M. B.; Koerner; J. F.; Johnson, R. L.; *J. med. Chem*, **1986**, *29*, 1988.
[4] Hall, R. G.; *Synthesis*, **1989**, *1989*, 442.
[5] Foss, Jr, F. W.; Snyder, A. H.; Davis, M. D.; Rouse, M.; Okusa, M. D.; Lynch, K.

# ULTRASONIC ACTIVATION OF NOZAKI-HIYAMA-KISHI COUPLING REACTIONS CATALYZED BY CHROMIUM IN THE PRESENCE OF ALIQUAT-336

Layla Mhamdi, Ridha Ben Salem

*Physical Organic Chemistry Laboratory, University of Sfax, Science Faculty of Sfax, 3018, Sfax, Tunisia.*
E-mail: layla.mhamdi@voila.fr

The addition of organochromium compounds to aldehydes originally described by Nozaki-Hiyama-Kishi has evolved into a very powerful method for the formation of C-C bonds; we report a process that allows the coupling of an aldehyde with an organic halide by sonochemical biactivation combined with Aliquat-336 mediated anhydrous $CrCl_2$ by Mn quantities in the presence of $(Me)_3SiCl$ to produce a chiral secondary alcohol. We have shown that the process of reactions promoted with ultrasonic irradiation yields and reaction rates improved considerably and led to the reduction of the reaction time. In this context, a reactional mechanism is proposed.




**Scheme.** Proposed cycle for catalytic in $CrCl_2$ Nozaki–Hiyama–Kishi coupling reaction in the presence of Aliquat-336 under ultrasonic irradiation.

**Keywords:** Nozaki–Hiyama–Kishi coupling; Chromium; Aliquat-336; ultrasonic irradiation; biactivation.

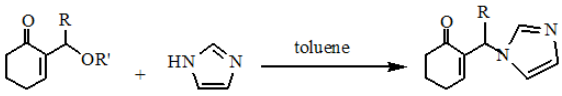
# Nucleophilic substitutions of Morita-Baylis–Hillman adducts: A facile and highly efficient synthesis of *N*-substituted imidazoles

O. Mhasni[a,b] and F. Rezgui[a]

[a)] *University of Tunis El Manar, Faculty of Science, Campus, 2092 Tunis, Tunisia*
[b)] *Institute for Research and Physico-Chemical Analysis (INRAP), Pôle Technologique Sidi Thabet 2020, Tunis*
E-mails : rez_far@yahoo.fr (a) - olfa.mha@gmail.com (b)

Recently MBH adducts, as electrophilic substrates, have been employed to achieve fruitful results in the allylic substitution reactions with various nucleophiles, including *C*-nucleophiles and heteronucleophiles, such as compounds bearing –OH, –SH and –NH groups.[1] Among them, the carbon–nitrogen bond formation by *N*-nucleophilic substitution plays an important role for the synthesis of various compounds exibiting biological activities.[1-2]

In this context, imidazole functional group plays important roles in numerous bioactive compounds.[3] Therefore, our goal was to synthesize a series of *N*-substituted imidazoles with multifunctionalities (Scheme 1) and provide more options for pharmaceutical use. Herein, we wish to report a facile synthesis of *N*-substituted imidazoles from the MBH adducts **1** and **2**. These derivatives smoothly underwent nucleophilic substitutions with imidazole in toluene at reflux, affording *N*-substituted imidazoles **3** in good yields.




**1** R' = H
**2** R' = Ac

R = H, Me, Ph

**3**

**Keywords:** Morita-Baylis–Hillman, imidazole, allylation

## References

**[1]** (*a*) X. Zhang, W. Rao, S. W. H. Chan and P. W. H. Chan, *Org. Biomol. Chem.*, **2009**, *7*, 4186; (b) H. S. Kim, S. Gowrisankar, S. H. Kim and J. N. Kim, *Tetrahedron Lett.*, **2008**, *49*, 3858; (c) A. Kamimura, R. Morita, K. Matsuura, Y. Omata and M. Shirai, *Tetrahedron Lett.*, **2002**, *43*, 6189; (d) C. G. Lee, K. Y. Lee, S. Lee and J. N. Kim, *Tetrahedron*, **2005**, *61*, 1493.

**[2]** For direct substitutions of π-alcohols, see: (*a*) M. Bandini and M. Tragni, *Org. Biomol. Chem.*, **2009**, *7*, 1501; (*b*) N. Ljungdahl and N. Kann, *Angew. Chem., Int. Ed.*, **2009**, *48*, 642.

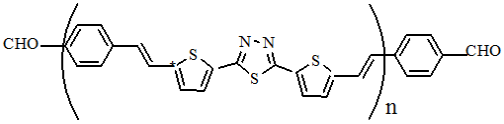
**[3]** Gilchrist, T. L. *Heterocyclic Chemistry*, 3rd ed.; Logman: Singapore, **1997**, Chapter 8.

# Theoretical study of end-group effects on poly(*p*-phenylene vinylene)s

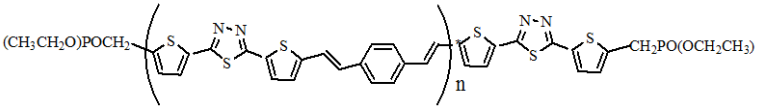
MILAD Rim, ESSALAH khaled, ABDERRABBA Manef

*Université de Carthage, Laboratoire des Matériaux, Molécules et applications, IPEST, Boite postale 51, 2070 la Marsa, Tunisie*

Density function theory (DFT) method B3LYP with two basis sets 6-31G (d) and 3-21 G* quantum chemical calculations was carried out to study the electronic structures and optical properties of poly(*p*-phenylene vinylene) derivatives. We report the theoretical analysis on the geometries and electronic properties of poly(*p*-phenylene vinylene) **Pp-PV** containing Thiophene - 1,3,4- Thiadiazole – Thiophene in the main chain. The end-group effects were also investigated by comparing the theoretically calculated electronic and optical properties. The aldehyde end-group has a large effect on the photophysical properties in the UV-Visible.




bis(5-aldehyde-2-thienyl)-1,3,4-thiadiazole- *trans*-ethene




bis(5-phosphonate-2-thienyl)-1,3,4-thiadiazole- *trans*-ethene

# Etude des propriétés antioxydantes et caractérisation physico-chimique des polysaccharides issus de *Zizyphus Lotus* (L.)

Khaoula MKADMINI HAMMI[a]; Riadh KSOURI[a]; Hatem MAJDOUB[b]

*a: Laboratoire des Plantes Extrêmophiles.*
*Centre de Biotechnologie de Borj Cedria. Technopôle Borj Cedria*
*b :Laboratoire des Interfaces et des Matériaux Avancés.*
*Faculté des sciences de Monastir. Université de Monastir*

*Zizyphus lotus* (L.) est une plante xérophyte très abondante dans le sud Tunisien, région de Tozeur. Les fruits de cette espèce sont très riches en polysaccharides qui sont connus par leurs potentielles activités antioxydantes, anti-inflammatoires, antifongiques, antivirales et anticancéreuses.

En outre ces macromolécules sont utilisées comme gélifiants et épaississants dans les industries cosmétique, pharmaceutique et agro-alimentaire. La grande diversité des macromolécules polysaccharidiques (les pectines hautement méthylées, les pectines faiblement méthylées, les hémicelluloses, cellulose, les polysaccharides sulfatés…) nous a conduit à adopter un protocole d'extraction séquentielle en utilisant trois milieux différents (eau chaude, solution aqueuse d'oxalate d'ammonium et solution alcaline), dont le but est l'épuisement de la matière végétale de différentes catégories polysaccharidiques possédant des propriétés thérapeutiques.

Des dosages colorimétriques et des études physico-chimiques sont menés sur les différentes fractions obtenues pour la caractérisation et l'identification des polysaccharides issues de la plante *Zizyphus Lotus* et pour la détermination de la fraction la plus active possédant les meilleures propriétés antioxydantes (pouvoir réducteur du fer, activité antiradicalire, capacité de piégeage de l'anion superoxyde…).

**Mots clefs** : extraction séquentielle ; *Zizyphus Lotus ;* polysaccharides ; activités antioxydantes

# INFLUENCE DES PARAMÈTRES OPERATOIRES SUR L'ELIMINATION DU RESORCINOL PAR OSMOSE INVERSE

Amine Mnif, Amal Gharrad, Béchir Hamrouni

*Unité de Recherche Traitement et Dessalement des Eaux, Département de Chimie, Université de Tunis El Manar Faculté des Sciences de Tunis*

Le résorcinol est une matière de base entrant dans la fabrication de résines phénoplastes (résines formaldéhyde-résorcinol) utilisées essentiellement dans l'industrie du caoutchouc et des pneumatiques et dans l'industrie du bois pour la fabrication de colles. On le retrouve aussi dans des produits capillaires, des produits pharmaceutiques, comme ingrédient dans certains produits agrochimiques ou utilisé comme ignifugeant.

Le résorcinol constitue l'une des sources de pollution environnementale puisqu'il représente un danger croissant autant pour la santé humaine que pour l'équilibre des écosystèmes. La protection de l'environnement est depuis longtemps devenue un enjeu économique et politique majeur. La prévention est donc essentielle et repose sur divers aspects tels que : l'aspect réglementaire qui consiste à fixer des normes, l'aspect sanitaires et les aspects scientifiques et technologiques qui correspondent à l'amélioration des procédés de dépollution.

Dans le présent travail nous nous sommes intéressés à l'étude de l'élimination du résorcinol des eaux en utilisant une membrane commerciale d'osmose inverse (AG2514TF), de type Thin Film Composite, fabriquée par la Compagnie Osmonics. La première partie de cette étude a été consacrée à la caractérisation de cette membrane avec une étude complémentaire effectuée pour déterminer les paramètres de transfert de cette membrane. La deuxième partie a pour objectifs de présenter les performances de l'osmose inverse vis-à-vis l'élimination du résorcinol. Les effets de la pression, du taux de conversion, de la concentration, de la force ionique et du pH ont été étudiés. Les résultats obtenus ont montrés une meilleure élimination dans les milieux basiques et pour des taux de conversion faibles. L'augmentation de la pression d'alimentation provoque une amélioration au niveau des taux de rétention contrairement à l'augmentation de la force ionique qui s'accompagne par une diminution au niveau des taux de rétention.

**Mots clés :** osmose inverse ; résorcinol ; élimination ; caractérisation

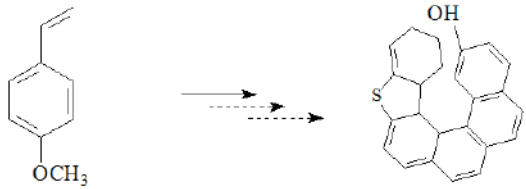
# Synthèse et résolution d'un nouveau thiahexahélicène

Souad Moussa, Faouzi Aloui et Béchir Ben Hassine

*Laboratoire de Synthèse Organique Asymétrique et Catalyse Homogène (O1UR1201), Faculté des Sciences, Avenue de l'environnement, 5019 Monastir, Tunisia.*

Depuis la résolution du premier hexahelicene décrite par Newmann et Ledicier,[1] la chimie des hélicènes est devenue un thème très attractif. Des études ont montré que l'incorporation d'hétéroatomes tel que le soufre dans le squelette hélicénique offre à ces molécules hélicoïdales des propriétés optiques[2] et électroniques[3] intéressantes.

Le présent travail décrit la synthèse d'un nouveau thiahexahelicene selon une approche impliquant la réaction de Wittig, la réaction de couplage de Mizoroki-Heck suivies d'une étape de photocyclisation oxydante.[4] Le composé a été caractérisé par ses constantes physiques et spectrales. La résolution du mélange racémique du 2-hydroxythiahélicène a été réalisée en utilisant un agent de dérivatisation chiral.[5] Les deux énantiomères correspondants (***P***) et (***M***) ont été obtenus sous formes optiquement pures.[6]




1. M. S. Newmann, D. J. Ledicier; J. Am. Soc., **1956**, 4765
2. T. J. Katz, *Angew. Chem*., **2000**, *112*, 1997-1999; *Angew. Chem. Int. Ed*., **2000**, *39*, 1921.
3. S. Grimme, L. Harren, A. Sobanski, F. Vögtle, *Eur. J. Org. Chem*., **1998**, 1491.
4. F. Aloui, R. El Abed, T. Guerfel, , B. Ben Hassine, *Synth. Commun*. **2006**, *11*, 1557.
5. F. Aloui, R. El Abed,, A, Marinetti, B, Ben Hassine, C. R. Chimie, **2009**, *12*, 284-290
6. S, Moussa, F, Aloui, B, Ben Hassine, *Tetrahedron Lett.*,**2012**, 53, 5824–5827.

# DEVELOPMENT OF COMPOSITE GEL FOR HEAL INJURIES FROM CHITOSAN AND ACTIVATED CARBON

Najib Mnasri[a], Younes Moussaoui[b,c], Elimame Elaloui[a,c], Ridha ben Salem[b].

[a)] *Material Environment and Energy Laboratory (UR14ES26), Science Faculty of Gafsa, Gafsa University, Tunisia.*
[b)] *Laboratory of Chemistry of Natural Substances, (UR11-ES74), Science Faculty of Sfax, Sfax University, Tunisia.*
[c)] *Science Faculty of Gafsa, Zarroug city, 2112, Gafsa, Gafsa University, Tunisia.*

Chitosan, a β-(1,4)-linked polysaccharide of D-glucosamine, is a deacetylated form of chitin, the second most abundant natural polymer in the word. The notable properties of chitin and its deacetylated form, chitosan, include excellent biocompatibility, admirable biodegradability and low toxicity which provide ample opportunities for this polymer to further development. It has become of great interest not only as a by product resource but also as a new functional biomaterial in various fields such as wastewater treatment, food, agriculture, cosmetic core and biotechnological and pharmaceutical industries.

We have studied the interaction between chitosan (CH-112, AD = 2.9% and CH-111, AD = 13%) and activated carbon to elaborate composite gels to heal injuries. Chitosan has been used for its healing characteristics and activated carbon has been used for its powerful impact of had smells and humidity coming from injuries.

The capacity of adsorption of the chitosan-112 on the activated carbon is of $330 mg.g^{-1}$ whereas it is of $75 mg.g^{-1}$ for the chitosan-111. This is explained by the difference of the acetylation degree. Chitosan-112 presents the most amine groups. In acidic solution, these groups are transformed in ammonium ion. Consequently, chitosan-112 is more adsorbed on the negative sites of the activated carbon surface. In the same way, the adsorption of the chitosan-112 on sterilized activated carbon remains unchanged. That means that sterilization by gamma ray did not modify total surface but rather the chemistry of the surface of the activated carbon. In addition, the adsorption capacity of the chitosan-112 on activated carbon increases with the temperature.

# COMPOSITES A BASE DE FARINE DE NOYAUX D'OLIVE : UNE ETAPE POUR LA VALORISATION DES RESIDUS SOLIDES DE L'EXTRACTION DE L'HUILE D'OLIVE

Ilhem Naghmouchi[a], Mutjé Pere[b], Sami Boufi[a]

*[a)]Université de Sfax, Faculté des Sciences de Sfax, LMSE, BP 1171-3000fax, Tunisie*
*[b)] Groupe LEPAMAP, Département de génie chimique de l'Université de Gérone c/ M. Aurèlia Capmany, nº61, Girona 17071, Spain.*

Outre les margines, l'industrie d'extraction de l'huile d'olive génère une quantité considérable de déchets solides, formés essentiellement par les noyaux d'olive. Si on considère que ces déchets solides, difficilement biodégradables, constituent de 15 à 20% en poids des olives, une quantité considérable de déchet est générée tous les ans. Dans l'approche que nous avons adoptée pour la valorisation de ces déchets solides dans le domaine des matériaux, des composites à base de farine de noyaux d'olive (FNO) et d'une matrice polymère de type polypropylène et polychlorure de vinyle ont été élaborés par un procédé d'injection.

L'évolution des propriétés mécaniques, thermomécaniques et d'absorption d'eau, en fonction du taux de charge et de la nature de l'agent de couplage chimique ont été étudiés dans le détail. La recherche menée a montré la viabilité de l'utilisation du FNO, comme charge renforçante pour des matrices polymères et jusqu'un taux de 60% en poids, sans altération notable des propriétés du matériau.

# ADSORPTION DES COLORANTS TEXTILES PAR UNE ARGILE NATURELLE DE LA REGION DE NABEUL

Nahed NAGHMOUCHI et Kais NAHDI

*Laboratoire d'Application de la Chimie aux Ressources et Substances Naturelles et à l'Environnement, Faculté des Sciences de Bizerte, 7021, Zarzouna-Tunisie*

La contamination des eaux par des polluants d'origines diverses est un problème d'actualité. Dans l'industrie textile en particulier, les eaux résiduaires sont l'une des plus importantes sources de pollution des eaux superficielles et des nappes souterraines.

En effet, les différents colorants utilisés dans la teinture des textiles causent de sérieux problèmes environnementaux en raison de leur stabilité et de leur faible biodégradabilité. Ainsi, il est nécessaire de traiter ces rejets avant qu'ils soient déversés dans le réseau d'assainissement.

Le traitement des eaux colorées a fait l'objet de plusieurs études afin de réduire l'intensité de coloration et la quantité de matière organique contenue dans ces eaux. Parmi les méthodes proposées, on peut citer : la coagulation, l'ultrafiltration, l'osmose inverse, l'adsorption sur du charbon actif et les traitements biologiques. Dans ce contexte, la sorption apparaît comme une méthode très intéressante aux procédés physico-chimiques classiques, utilisant des argiles naturelles.

Dans ce présent travail, nous nous sommes intéressés à l'étude de la décoloration de deux échantillons d'eau rejetée par l'industrie de teinture de textile VTL située dans la région de Nabeul en utilisant une argile prélevée de la même zone.

Dans une première étape nous avons caractérisé l'argile par analyse chimique, diffraction des rayons X, spectroscopie infrarouge, adsorption d'azote à 77K, mesure de la capacité d'échange cationique « CEC » et microscopie électronique à transmission MET.

La deuxième étape de ce travail a concerné l'étude cinétique de décoloration des échantillons d'eau par l'argile précédemment caractérisée. Celle-ci a été effectuée à travers l'établissement des isothermes d'adsorption à 298K. L'influence du temps de contact et de la concentration initiale en colorant sur la cinétique d'adsorption a été étudiée. Les modèles de Langmuir et de Freundlich ont été utilisés pour analyser les données expérimentales d'équilibre d'adsorption.

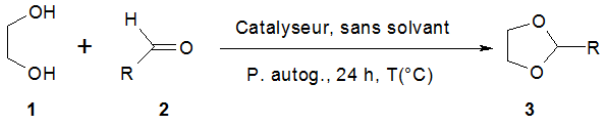
**Mots Clés :** argile, isotherme d'adsorption, colorants textiles.

# EFFICIENT TRANSFORMATION OF ALDEHYDES INTO DIOXOLANES OVER SILICA AND ALUMINA: SPECTROSCOPIC STUDY AND THEORETICAL CALCULATION

Nahed Naily [a], Asmâa Mostefai [b], Ali Rahmouni [b], Ezzedine Srasra [a], Mohamed Lotfi Efrit [c], * Néji Besbes [a]

[a] *Laboratoire Physico-Chimie des Matériaux Minéraux et leurs applications, Centre National des Recherches en Sciences des Matériaux, Soliman, 8027, Tunisie.*
[b] *Laboratoire de Modélisation et de Méthodes de Calcul, Université Docteur Moulay Tahar de Saida, 20002 Saida, Algérie.*
[c] *Laboratoire de Synthèse Organique et Hétérocyclique, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, 2092, Tunis, Tunisie.*
E-mail: besbesneji@yahoo.fr

The synthesis of a series of 2-(*R*)-dioxolanes **3a-g** was performed by acetalization of aldehydes **2a-g** with ethylene glycol **1** in the presence of alumina and silica under solvent-free conditions.




**1** **2** **3**

Aldehydes **2** and dioxolanes **3** were characterized by $^{1}$H NMR and $^{13}$C NMR spectroscopy.

All compounds were fully optimized at DFT level of theory with the functional B3LYP and 6-31G (d,p) basis set. Then, the most stable geometries of **2** and **3** were determined. The theoretical calculations of the atomic charges on the carbonyl group C=O of the aldehydes and C-2 carbon of the dioxolanes under investigation were carried out using the Mulliken population analysis with the DFT method. All calculations were performed with the Gaussian 09 program.

**Key words:** acetalization, alumina, silica, spectroscopy study, DFT calculation.

## References

[1] N. Besbes, D. Hadji, A. Mostéfai, A. Rahmouni, E. Srasra, M.L. Efrit, *J. Soc. Chim. Tun.* **2012**,*14*, 39.
[2] A. Gorka, L. Hazai, C. Szantay, V. Hada, L. Szabó, Jr., *Heterocycles*, **2005**, *65*, 1359.
[3] H. Aliyan, R. Fazaeli, A.R. Massah, A.R. Momeni, H.J. Naghash, B. Moeinifard, *Asian J. Chem.*, **2010**, *22*, 873.
[4] F. Ono, H. Takenaka, T. Fujikawa, M. Mori, T. Sato, *Synthesis*, **2009**, 1318.

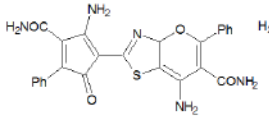
# CATION BINDING BY SOME PYRANOPYRIDOTHIAZOLE DERIVATIVES

Olfa Naouali[a], Lassaad Baklouti[a,b] et Hussain Soleiman[b]

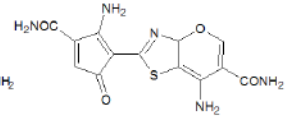
*[a)] Laboratory of Applied Chemistry and Natural Substances Resources and Environment, Faculty of Sciences at Bizerte, Carthage University, Zarzouna-Bizerta, 7021 Tunisia (a)*
*[b)] Chemistry Department, Sciences and Arts College, Al-Qassim University, Al-Rass, 53200, Kingdom Saudi Arabia (b)*

Pyranopyridothiazole derivatives are biologically interesting molecules that have established utility in the pharmaceutical compounds with these ring systems have a wide application range of biological activities and pharmacological actions, antibacterial inhibitory activity[1]. Otherwise Pyranopyridothiazole derivatives found a wide uses in the industry compounds and chemistry of dyes and pigments such as laser technologies [2].

The binding properties of a iminothiazole (**1**) and phenyliminothiazole (**2**) derivatives toward the transition metal cations, have been investigated in methanol, followed by UV Spectrophotometry Absorption and conductivity. Thus, the stoichiometries of complexes formed and their stability constants were determined by digital processing of data.




1




2

The results obtained showed the formation of mononucluaire complex ($ML_1$) with two ligands considered

The study of the liquid-liquid extraction of some metal salts to water dichloromethane by ligands (**1**) and (**2**) shows a low power extractant, except $Co^{2+}$ and $Fe^{3+}$.

**Key words:**. Thiazole, Complexation, Stability, constants, Inclusion properties

## References

[1] Gfesser, G .A.; Bayburt, E .K.; Cowart, M.; DiDomenico, S.; Gomtsyan, A.; Lee, C – H.; Stewart, A .O.; Jarvis, M .F.; Kowaluk, E .A.; Bhagwat, S .S.;. *Eur. J. Med.Chem*., **2003**,38, 345.

[2] Dgdyusha, G.G.; Zubarovskii, V.M., Moreiko, V.M.; Parhomskaya, O.V.; Sych, E.D.; Tikhonov, E.A. and Khodot, G.P. **1978** USSP Patent 568318: Appln: 215763; *Chemical Abstract*,**1975**, 1979, 90, 46509j.

# Synthesis, crystal stucture and caracterization of a new alluaudite type $Na_4Co(MoO_4)_3$

Rawia Nasri, Mohamed Faouzi Zid and Ahmed Driss

*Laboratoire de Matériaux et Cristallochimie, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis El Manar, 2092 El Manar Tunis, Tunisia*
rawia_nasri86@yahoo.com

The title compound $Na_4Co(MoO_4)_3$, was obtained by solid state reaction. It crystallizes in the monoclinic system (C2/c) with the following unit cell dimensions: a=12.8770 (8) Å; b= 13.4384 (9) Å; c= 7.1292 (7) Å ; β = 112.072 (6)° and V= 1143.27 (15)Å$^3$.
The structure is isostructural with $Na_3In_2(AsO_4)_3$ and $Na_3In_2(PO_4)_3$ [1].
The three-dimensional framework consists of a network of infinite chains of edge-sharing $Co(2)O_{10}$ dimers which are linked together by $MoO_4$ tetrahedra to form a framework enclosing two types of hexagonal tunnels where $Na^+$ cations reside (Fig. 1).The crystal is characterized by SEM analysis (Fig. 2).
A review of geometric factors confirms that the elements are similar to those encountered in the literature[2-4].

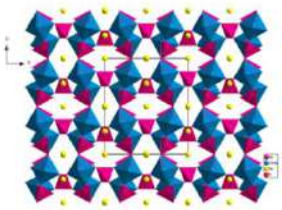


Fig. 1: Projection of the structure $Na_4Co(MoO_4)_3$ according to [001].

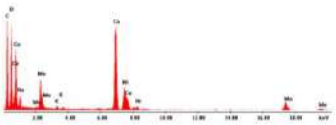


Fig. 2: SEM spectrum of $Na_4Co(MoO_4)_3$.

**Key words:** crystal structure; X-ray diffraction; alluaudite.

## Reference

[1] Lii, K. H. & Ye, J. (1997). J. Solid State Chem. 133, 131–137.
[2] L. Balsanova ; D. Mikhailova ; A. Senyshyn ; D. Trots ; H. Fuess ; W. Lottermoser ; H.Ehrenberg. (2009) Solid State Sciences 11, 1137–1143.
[3] Engel, J. M., Ehrenberg, H. & Fuess, H. (2005). Acta Cryst. C61, i111–i112.
[4] Kelvtsova, R. F., Borlsov, S. V., Bliznyuk, N. A., Glinskaya, L. A. & Kelvtsov, P. V. (1991). J. Struct. Chem. 32, 885–893.

# SYNTHESE, CARACTERISATION ET ETUDE DES PROPRIETES DE LUMINESCENCE DES APATITES SULFATEES

F. NOURI[1], G. PANCZER[2], M. TRABELSI-AYADI[1] et R. TERNANE[1]

*[1]Laboratoire d'Application de la Chimie aux Ressources et Substances Naturelles et à l'Environnement, Université de Carthage, Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna Bizerte, Tunisie.*
*[2]Institut Lumière Matière, UMR-CNRS 5306, Université Claude Bernard Lyon I, Bât. A. Kastler, 10 rue Ampère, 69622 Villeurbanne Cedex, France.*

Le présent travail entre dans le cadre général des études systématiques des propriétés physico-chimiques des apatites, en particulier, celles des apatites sulfatées dans le but de mettre en évidence leur intérêt dans le domaine des luminophores [1-2].

La synthèse des apatites sulfatées non dopées et dopées à l'ion europium trivalent de formule générale$Ca_4Na_6(SO_4)_6F_2$ a été réalisée par réaction à l'état solide à haute température. Ces apatite sont été caractérisées par diffraction des rayons X et spectroscopies d'absorption infrarouge IR et de diffusion Raman.Ces différentes techniques ont permis de vérifier la pureté des apatites obtenues.Il s'agit d'apatites cristallisant dans le système hexagonal de groupe d'espace $P6_3/m$.

La luminescence de l'ion $Eu^{3+}$ en tant que sonde structurale locale a permis d'identifier les sites de substitution et de corréler les résultats avec les données cristallographiques (Figure 1). Les diagrammes des niveaux d'énergie de $Eu^{3+}$ ainsi que les points couleur ont été déterminés révélant des résultats prometteurs dans le domaine des luminophores rouges.

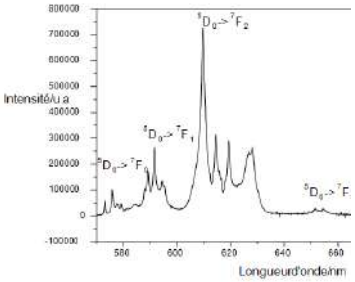



**Figure 1.** Spectre d'émission de l'ion $Eu^{3+}$ dans $Ca_4Na_6(SO_4)_6F_2$ sous excitation 532 nm.

[1] R. Ternane, M. Trabelsi-Ayadi, N. Kbir-Ariguib, B. Piriou, J. Lumin., 81 (1999) 165.
[2] R. Ternane, M. Férid, G. Panczer, M. Trabelsi-Ayadi, G. Boulon, Opt. Mater., 27 (2005) 1832.

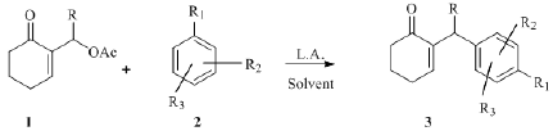
# $In(OTf)_3$-catalyzed allylation of aromatic rings with cyclic MBH acetates

Assia Omrani[a], Sophie Poulain-Martini[b], Farhat Rezgui[a] and Elisabeth Duňach[b]

*a) Université de Tunis El Manar, Faculté des sciences de Tunis, Laboratoire de Chimie Organique Structurale et Macromoléculaire, Campus Universitaires 2092-Tunis, Tunisie.*
*b) Laboratoire de Chimie des Molécules Bioactives et des Arômes, Université de Nice – Sophia Antipolis, CNRS, UMR 6001, Institut de Chimie de Nice, Parc Valrose, 06108 Nice Cedex 2, France.*

The activities of various metallic triflates and triflimidates in the Friedel-Crafts allylation of activated aromatic rings have attracted much interest. Dunach et coll. have reported a Friedel-Crafts allylation reaction of various aryl derivatives with allyl acetates using $Zn(NTf_2)_2$ as a catalyst[1]. The catalytic use of triflates salts, as lewis acids for the former reaction involving cyclic allylic acetates of Morita-Baylis-Hillman (MBH), has not been however extensively explored. Therefore, the development of more efficient catalysts for such reactions constitutes an interesting challenge.

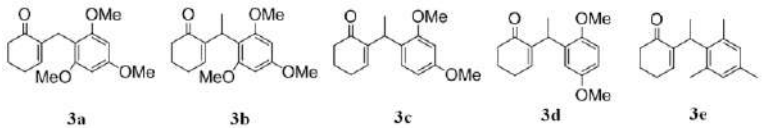
In this paper, we wish to report our results on the Friedel-crafts alkylation of aromatic compounds **2** with allylic acetates **1**, using super Lewis acid triflates type $In(OTf)_3$. We have optimized the reaction conditions and explored the scope of these new transformations. A series of new allylation Compounds **3** have been prepared in moderate to good yields.




1 2 3

R = H, Me, Ph
$R_1$, $R_2$, $R_3$ =H, Me, OMe

**Scheme 1.**




**3a**




**3b**



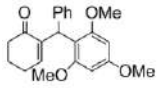

**3c**



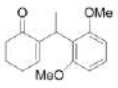

**3d**



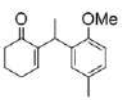

**3e**



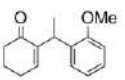

**3f**



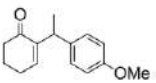

**3g**




**3h**




**3i**




**3j**

**Key words:** Friedel-Crafts allylation, allylic acetate, super Lewis acid.

**References:**

**[1]** Ricci, J. ; Poulain-Martini, S. ; Duňach, E. *C. R. Chimie* **2009**, *12*, 916-921

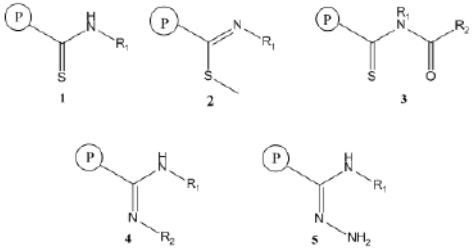
# Powerful Tools for the Synthesis of phosphonates thioimidates, amidines, amidrazones and thioamides N-acylated derivatives

Rania OMRANI, Mohamed Lotfi EFRIT, Azaïez BEN AKACHA*

*Department of Chemistry, Faculty of Science, Laboratory of Heterocyclic and Organic Synthesis, El Manar, 2092 Tunisia,*
azaiezbenakacha@yahoo.fr - omrani.rania@gmail.com

In this abstract, we will focus on the reactivity of phosphonates thiocarbamoyls **1**. A composites thioimidates **2** and thioamides N-acylated **3** were obtained respectively from alkylation by methyl iodide and N-acylation of secondary amines by different acid chlorides. The addition of hydrazines and primary amines to thioamides and thioimidates gave a simple and efficient access respectively to new amidines **4** and amidrazones **5**. Stereochemistry of these reactions were studied (especially using Density Functional Theory (DFT)-B3LYP/6-311G** and kinetic study by $^{31}$P-NMR in external lock $D_2O$).

**Key words:** N-acylation, Thioimidates, Amidrazones, Amidines



**Reference**

[1] Synthesis and structural studies of phosphonates thioamides and thioimidates. R. Omrani, F. Ben Amor, M. Bahri, M. L. Efrit, A. Ben Akacha*

# ADDITION DU TRYPTOPHANE-METHYLE-ESTER SUR LE [60] FULLERENE : SYNTHESE ET CARACTERISATION

Nabil Omri [a], Marine de Person [b], Manef Abderrabba [a], Fathi Moussa [b]

*[a)] Laboratoire Matériaux, molécules et Applications, IPEST, BP51, 2070 La Marsa, Tunisia*
*[b)] LETIAM, Groupe de Chimie Analytique de Paris Sud, EA 4041, IUT d'Orsay, Université Paris Sud 11, Plateau de Moulon, 91400 Orsay, France*

De part son caractère hydrophobe et sa géométrie exceptionnelle, le fullerène $C_{60}$ pourrait être utilisé comme nanovecteur multifonctionnel, tant pour faciliter le passage membranaire de principes actifs hydrophiles, que pour atteindre sélectivement une cible thérapeutique.

Dans ce contexte, nous avons synthétisé des nanoparticules à base de carbone pour la vectorisation de principes actifs, par le greffage du tryptophane-méthyle-ester (TrpME) sur le $C_{60}$ suivant une réaction de photo-addition qui implique le dioxygène à l'état singlet. Nous avons proposé un mécanisme de formation de la fulleropyrrolidine mono-adduit et identifié les intermédiaires réactionnels par spectrométrie de masse haute résolution couplée à la chromatographie en phase liquide (SM, HPLC-ESI-SM et HPLC-APCI-MS).

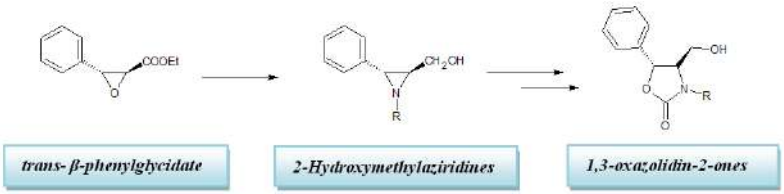
**Mots clés** : [60]Fullerène, Photo-addition, Tryptophane-méthyle-ester, HPLC-MS Fulleropyrrolidine.

# SYNTHESE OF 2-HYDROXYMETHYLAZIRIDINES AS PRECURSORS OF 1,3-OXAZOLIDIN-2-ONES

Oussema OUERFELLI and Rafâa BESBES

*Laboratoire de Chimie Analytique et d'Electrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis-El Manar, Campus Universitaires 2092 El Manar 1, Tunis, Tunisie.*
rafaa.besbes@fst.rnu.tn.

Aziridines have emerged as versatile synthons with numerous applications in the preparation of a wide variety of β-functionalized amino compounds owing to the combination of their easy preparation and their propensity to undergo ring opening reactions with various nucleophiles[1]. In this context and in connection of our interest in the preparation and application of aziridine-2-carboxylates[2] as precursors of azaheterocycles, we describe herein a multi-step strategy for the synthesis of new substituted 1,3-oxazolidin-2-ones. The approach involved a sequence of acylation-cyclization of 3-phenyl-2-hydroxymethylaziridines upon treatment with methyl chloroformate in acetonitrile. These aziridines were prepared in good yields from aziridine-2-carboxylates through reduction with $LiAlH_4$. The structures of all these cyclic carbamates were confirmed by $^1H$ and $^{13}C$-NMR and by $^1H$- C HMBC, showing that $C_4$ and $C_5$ substituents are situated in trans-position.




**Key words:** 2-Hydroxymethylaziridines, 1,3-Oxazolidin-2-ones

## References

**[1]** Rui, L.; Hui, Jiang.; Wan-Li, Liu.; Pei-Ming, Gu.; Xue-Qiang, Li. *Chinese. Chem. Letters* **2014**, 25, 583-585.

**[2]** a) Kaabi, A.; Ould Elemine, B.; Besbes, R. *Synth. Commun.* **2011**, 41, 1472-1480. (b) Tabarki, M. A.; Besbes, R. *Tetrahedron* **2014**, 70, 1060-1064. (c) Kaabi, A.; Besbes, R. *Synth. Commun.* **2014** (in press)

# DETECTION DES FONGICIDES DANS LES EAUX DE SURFACE PAR LC ESI MSMS

Marwa Oueslati [a], Fethi Oueslati [a], Hanene Chaaben[b], Abed El Beki [c], Mohamed Ben Amor [a]

*[a)] Laboratoire de traitement des eaux naturelles, Centre de Recherche et des Traitement des Eaux, technopôle Borj Cedira, 1080, Solimen*
*[b)] Laboratoire de la production végétale Institut Natianl Agronomique de Tunis, Cité Mahrajene 1082 Tunis*
*[c)] Laboratoire de contrôle des pesticides, Ministère de l'agriculture, alain savary 1082 Tunis*

Les fongicides sont des pesticides largement utilisés en Tunisie dans les cultures céréalières afin de limiter l'apparition des champignons. L'usage non contrôlé de ces substances par les agriculteurs pourrait engendrer des effets néfastes sur la qualité des eaux naturelles. En vue de vérifier la présence de ces résidus dans les eaux de surface, nous avons réalisés cette étude. Dans un premier temps, nous avons effectués une enquête de terrain auprès des agriculteurs dans la région de Bizerte (Mateur, Gazela) détaillant la nature, la dose, le nombre et le mode d'application des fongicides utilisés. Dans un second temps, nous avons collectés les échantillons d'eaux dans les bassins voisins après pulvérisation de ces pesticides. Finalement, nous avons développées une méthode de détection de ces substances basée à la fois sur le couplage LC-ESI-MS/MS et sur l'extraction liquide-liquide.

La méthode mise en œuvre a été validé et les résultats obtenus montrent qu'elle est linéaire, avec un coefficient de régression de 0,99, fidèle, avec un coefficient de variation inferieur à 15% et permet d'extraire ces fongicides avec des rendements supérieurs à 60%. De plus cette méthode a été appliquée avec succès pour la recherche des fongicides dans les échantillons d'eaux collectés dans la région de Bizerte.

**Mots clés:** Fongicides, eau de surface, extraction liquide-liquide, LC-ESI-MS /MS

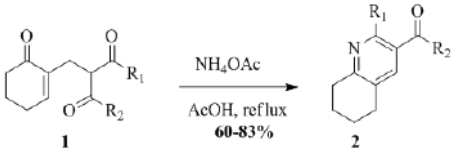
# Cascade synthesis of a novel series of fused pyridines derivatives

Yosra Oueslati and Farhat Rezgui

*Université de Tunis El Manar, Faculté des Sciences de Tunis, Laboratoire de Chimie Organique Structurale et Macromoléculaire.*

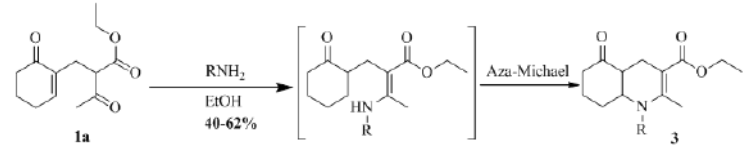
Suitably functionalized pyridines are useful intermediates in organic synthesis and are found in a large number of biologically active compounds and therefore a large number of synthetic methods for the preparation of such derivatives have been extensively investigated.[1] However, the synthesis of various pyridines from Morita-Baylis-Hillman (MBH) adducts has not received much attention from synthetic chemistry. Herein, we wish to report an efficient *one pot* synthetic method for polysubstituted pyridines[1] starting from MBH adducts.[2]

Reaction of polycarbonyl compounds **1** with ammonium acetate, in refluxing acid acetic, afford, in good yields and with a highly regioselectivity, a novel series of fused and functionalized pyridines **2** (Scheme 1), *via* cascade reactions. This protocol involves enamines formation-chemoselective heterocylization-dehydration-aromatization sequence.




**Scheme 1**

Similarly, the reaction of the polycarbonyl compound **1a** with a variety of primary amines in ethanol at room temperature, afford the tetrahydropyridine-3-carboxylates esters **3** whose structural analogues exhibit biological activity, e.g., the treatment of hypertension (Scheme 2). [3] This synthetic methodology involves chemoselective enamine formation-intramolecular aza-Michael addition-heterocyclization sequence.




**Scheme 2**

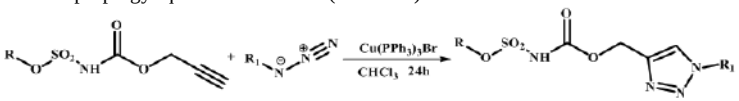
[1] Kim, S. H.; Lee, S.; Kim, S. H.; Kim, J. N.; *Bull. Korean Chem. Soc*. **2008**, *29*, 1815.
[2] Mhasni, O.; Rezgui, F.; *Tetrahedron Lett.* **2010**, *51*, 586.
[3] Golmann, S.; Stoltefuss, J. Angew. Chem., *Int. Ed. Engl.* **1991**, *30*, 1559.

# SYNTHESE D'UNE NOUVELLE FAMILLE DE 1, 2, 3-TRIAZOLE PAR LA CHIMIE CLICK

Ahlem Radhouani[a], Mohammed Beji[b]

*[a)] Laboratoire de Chimie Organique Structurale et Macromoléculaire, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, ElManarI, 2092 Tunis, Tunisie*
*[b)] Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieurs de Tunis 2, rue Jawaher Lel Nehru, Montfleury, 1008, Tunis, Tunisie*
halouma163@yahoo.fr

La réaction de cycloaddition 1,3-dipolaire entre un alcyne vrai et un azide, conduisant à la formation d'un 1, 2, 3-triazole, est l'exemple le plus rencontré de chimie click. Pour ce type de réaction, les azides et les alcynes sont considéré comme étant des groupes fonctionnels stables pour une large gamme de conditions réactionnelles ainsi que dans les conditions biologiques. Un dérivé triazolique peut être ainsi obtenu facilement dans des conditions douces, de manière irréversible. Toutefois, probablement en raison de la mauvaise réputation des dérivés azidés [1, 4] (azides métalliques sensibles aux chocs, voire explosifs pour certains azides organiques), les chimistes se sont détournés de ce groupement organique et n'ont que peu exploité ses potentialités jusqu'à une période récente.
C'est avec la découverte simultanée en 2001 de Sharpless et al. [3] et de Meldal et al. [2] sur l'utilisation du cuivre au degré d'oxydation (I) comme catalyseur de cette cycloaddition-1,3, que le potentiel de cette réaction s'est considérablement développé.
Dans ce contexte et vu l'importance des molécules renfermant le triazole, nous décrivons la synthèse des cycles triazoliques diversement substitués par cyclocondensation des carbamates propargyliques **1** et d'azide **2** (Schéma1).




R= 2,4,6-triméthylphényle
2,4,6-trichlorophényle
4-chlorophényle
phényle
$R_1$= éthylbenzene

**Schéma 1**

**Mots clés:** carbamates, azide, alcool propargylique, cycloaddition, triazole "click chemistry"

**References**

[1] Kolb, H. C.; Finn, M. G.; Sharpless, K. R. Ang. *chem.int.ed*. **2001**, 40, 2004-2021. Click Chemistry: Diverse Chemical Function from Few Good Reactions.
[2] Tornoe, C. W.; Christension, C.; Meldal, M. *J.or.chem*. **2002**, 67, 3057-3064. Peptidotriazoles on Solid Phase: [1, 2, 3]-triazole by Regiospecific Copper (I) Catalyzed 1, 3-Dipolar Cycloadditions of Terminals Alkynes to Azide.
[3] Rostovtsev, V. V.; Green, L. G.; Fokin, V. V.; Sharpless, K. R. Ang. *chem.int.ed*. **2002**, 41, 2569-2599. A Stepwise Huisgen Cycloaddition Process: Copper (I)-Catalyzed Regioselective "Ligation" of Azides and Terminal Alkynes.
[4] Kolb, H.C.; Sharpless, K.B.; *Drug Discovry Today* **2003**, 8, 1128-1137. The growing Impact of Click Chemistry on Drug Discovery

# PREPARATION, CHARACTERIZATION, AND EVALUATION OF DISPERSING POWER OF SULFATED AMIDES OF OLIVE POMACE OIL FATTY ACIDS

Fayçal Rais, Moncef Chaabouni

*Laboratoire de chimie industrielle, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax*
faicelrais@yahoo.fr

This work shows that the olive pomace oil is converted into sulfated fatty amides by performing the following steps : saponification, hydrolysis, esterification, amidation and sulfation. In the last step, the mixture reaction had a fluidity enough great that there was no need to use organic solvents as suggested in the literature. Characterization of the product has carried out by chemical analyses, FTIR, 13C NMR, GC and HPLC. The main obtained results can be summarized as follows :

- the mixture of fatty acids derived from olive pomace oil can be easily converted into amide and then into sulfated amide without using organic solvent due to the low melting point of such mixtures.
- The resulting product has been characterized by GC, HPLC, IR and NMR techniques. Quantitative analyses indicated that the final liophilized product is a mixture of 9% fatty amide, 75% sulfated amide and 10% free sulfate.
- Lime soap dispersing properties have been evaluated by specific tests. They show that the product is effective lime soap dispersant and thus confirm the possibility of utilizing olive pomace oil as a raw material to produce a low cost dispersant.

**Key words:** Olive pomace oil , Fatty amides , surfactant properties, Lime soap dispersing power.

# ANALYSIS OF RESIDUES POLYBRODIPHENYLES ETHER (PBDE) IN A MARINE ORGANISM (EEL ' ANGUILLA ANGUILLA ') BY GAS CHROMATOGRAPHY (GC-ECD)

S. Rajhi[a], S. Bouabdallah[a], M.R.Driss[a], S. Touil[a].

*(a) Laboratoire de chimie organique et hétéro éléments, Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna, Tunisie.*

We propose in this work to develop a protocol interested in the analysis of the residue of 12 congeners of polybrominated biphenyls in marine organisms by gas chromatography. The specie studied is the eel " anguilla anguilla" collected from the Ghar El Melh lagoon. The analytical procedure involved the application of soxhlet extraction and the saponification, followed by purification by adsorption chromatography on a column of florisil. Finally, the gas phase chromatographic analyses were performed on a capillary column with an electron capture detector (GC-ECD) [1].

Levels of PBDE measured in samples eels from three sampling sites showed a general contamination with variable levels. Differences in concentrations of PBDEs between specimens of fish are possibly related to their eating habits, their trophic position in the food chain and un like their metabolic capacity [2].

**Keywords:** PBDEs, eels, soxhlet extraction, GC-ECD.

**References**

[1] Guo, L., Qiu, Y., Zhang, G., Zheng, G.J., Lam, P.K., Li, X., *Environ. Pollut.* **2008**,*152*, 604-611.

[2] Johnson, A., Olson, N., *Arch. Environ. Contam. Toxicol*., **2001**, *41*, 339-344.

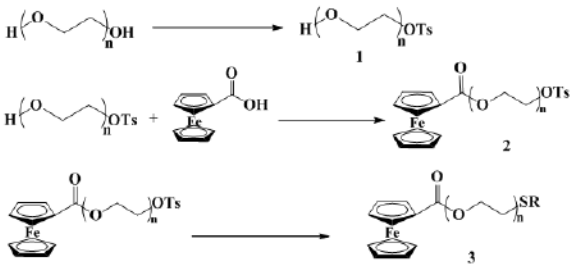
# Optimization of an esterification reaction of ferrocene-based compounds and application in surface modification

Amal RAOUAFI, Noureddine RAOUAFI, Rafâa BESBES

*Laboratoire de Chimie Analytique et d'Electrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis El-Manar, 2092 Tunis El-Manar, Tunisie*
Rafaa.besbes@gmail.com

In recent years, electrochemical biosensors attract an increasing interest in several fields, especially the analytical one[1-3]. In this work, we report the synthesis of a series of molecules that can have specific detection properties.

The bifuctional molecules **3** were obtained along a three-step process: monotosylation of oligoethylene glycols, their esterification with ferrocene acid and finally the thiolation of the obtained esters. All these compounds were studied by cyclic voltammetry and differential pulse voltammetry. We also highlighted the remarkable role of gold nanoparticles in qualities improvement of voltammograms. An example of these molecules was used to develop enzymatic biosensor by immobilization of glucose oxidase on a graphite carbon electrode modified by gold nanoparticles. Preliminary studies have shown that this device can be used for the detection of glucose in aqueous solution.




**Key words:** electrochemical biosensors, monotosylation, esterification, ferrocene acid, thiolation, gold nanoparticles,

## References

[1] : J. M. Pingarrón, P. Yáñez-Sedeño, A. González-Cortés, *Electrochim. Acta*, **2008**, *53*, 5848-5866.
[2] : N. J. Ronkainen, H. B. Halsallb, W. R. Heineman, *Chem. Soc. Rev*., **2010**, *39*, 1747-1763.
[3] : J. Zhao, G. Chen, L. Zhu , G. Li, *Electrochem. Commun*., **2011**, *13*, 31-33.

# CARACTERISATION DES ALLIAGES D'ALUMINIUM DE FONDERIE A BASE DE SILICIUM: EFFET DES TRAITEMENTS THERMIQUES

Atef Rebhi*, Nabil Njah

*Laboratoire "Géoressources. Matériaux, Environnement et Changements Globaux", Faculté des Sciences de Sfax, BP.1171 (3000) Sfax, Tunisie*
*rebhi_atef@yahoo.fr

Le travail réalisé a pour objectif d'élucider le comportement de trois alliages d'aluminium de fonderie à différentes teneur en silicium (AS13, AS9U3 et 6063), ainsi que l'action des traitements thermiques sur leurs propriétés microstructurales, leurs microduretés et leurs variations dimensionnelles. L'étude métallographique de l'alliage AS13, à l'état brut de coulée, a montré que les particules de silicium apparaissent sous forme de plaquettes épaisses orientées au hasard. Dans l'alliage AS9U3 on a présence de structure dendritique due à l'effet de l'élément d'adition (Cu). La mise en solution suivie d'une trempe des échantillons produit une microstructure homogène. Une sphéroïdisation des aiguilles de silicium de l'alliage AS13 a eu lieu. Concernant l'alliage 6063, la densité de particules de silicium eutectique diminue de façon importante. Quand à l'alliage AS9U3, nous remarquons la disparition de la structure dendritique. En plus, il y a présence d'une seconde phase ($Al_2Cu$) localisée essentiellement aux joints de grains. Après vieillissement, aucune modification de la microstructure n'a été observée. A partir des spectres de diffraction des rayons X des trois alliages, en plus des pics fondamentaux, pour les alliages AS13 et AS9U3, il y a présence de petits pics relatifs au silicium. Quant à l'alliage 6063, les pics supplémentaires ont été attribués au composé $Mg_2Si$. Pour l'alliage AS9U3, l'absence des pics relatifs au composé $Al_2Cu$ peut être due à la faible teneur de ces précipités vis-à-vis de la matrice d'aluminium et du silicium. Les mesures de la micro-dureté des trois alliages étudiés à l'état brut montrent que la dureté de l'alliage AS9U3 contenant du cuivre avec excès de silicium est plus élevée que celle de l'alliage AS13 contenant seulement du silicium et celles des alliages Stœchiométriques (6063). Le raffinement de la microstructure résultant de la trempe, impliquant une augmentation du nombre d'interfaces (joints de grains), est systématiquement accompagné d'une augmentation de la dureté. L'analyse dilatométrique nous a permis de suivre les transformations des différentes phases de la séquence de précipitation dans les trois matériaux étudiés. Pour les alliages AS9U3 et 6063, les anomalies observées sur les courbes dilatométriques (dilatation et contraction) sont liées à la dissolution et la formation des secondes phases $Al_2Cu$ et $Mg_2Si$, respectivement.

**Key words:** Alliages d'aluminium de fonderie, Microstructure, Traitements thermiques**.**

# MICROSTRUCTURAL AND MECHANICAL PROPERTIES CARACTERISATIONS OF Al BASED ALLOYS PREPARED BY EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING

M. A. Rekik[1], T. Khelfa[1], J. M. Cabrera Marrero[2], M. Khitouni[1]

*[1]Laboratory of Inorganic chemistry Ur-11-ES-73, Faculty of Sciences, University of Sfax, 1171, 3018-Sfax, Tunisia.*
*[2]Departament of Materials Science and Metallurgical Engineering Universitat Politècnica de Catalunya ETSEIB-Av. Diagonal 647, 08028–Barcelona, Spain*

Aluminium alloys have been widely investigated due to the higher possibilities to introduce high amounts of severe plastic deformation. In addition, these alloys can be strengthened by ECAP without any aging treatments.

Equal-Channel Angular pressing (ECAP) was conducted to 2017 and 6060 aluminium alloys. The microstructure and the mechanical properties evolutions were investigated by means of X-ray diffraction, Transmission electron microscopy, Microhardness and tensile tests. ECAP leads to an increase of the lattice thus the relative swelling parameters for the alloys. Peak broadening was related to a reduction of coherency length which reaches 54 and 80 nm, respectively, for the 2017 and 6060 alloys ECAPed for three passes. For both alloys, significant increase in hardness and tensile strength were observed after the first pass. This increase was explained by the increase of the dislocation density. Steady state periods in mechanical properties were observed after three and six passages through the die, respectively, the 2017 and 6060 alloys.

**Key words:** Aluminium alloys, ECAP, X-ray diffraction, Structure refinement, precipitates.

# Electrochemical Deposition of Semiconducting Bismuth Sulfide Thin Films on ITO Substrates

M. Riahi, N. Raouafi and H. Maghraoui-Meherzi

*Laboratoire de chimie Analytique et Electrochimie, Département de chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, 2092 Tunis El Manar, Tunisie.*
Email: mejdiriahi1@gmail.com

Bismuth sulfide, $Bi_2S_3$, thin films are widely studied because of their photoconductive, photosensitive and thermoelectric properties.[1] This material is suitable to elaborate photovoltaic cells to convert solar energy into photo-induced current thanks to its optimum band gap of 1.7 eV. Many different deposition techniques such as chemical bath deposition, reactive evaporation, spray pyrolysis and electrodeposition have been recently explored to elaborate $Bi_2S_3$ thin films.[2]

In this work, semiconducting $Bi_2S_3$ thin films were deposited on indium-doped tin oxide (ITO) substrates starting from aqueous solutions of $Bi(NO_3)_3$ and $Na_2S_2O_3$ as precursors using cathodic deposition process. The experimental conditions such as concentration, potential, deposition time were optimized. The X-ray diffraction showed that the deposited materials are polycrystalline in nature with an orthorhombic structure, a prominent peaks is observed at $2\theta = 27.24°$ with high intensity indicating a preferred orientation along the lattice plan (021). The band gap is estimated to be 1.50 eV using UV-visible spectroscopy.

**Keywords**: Semiconductor, Solar cell absorber, Electrodeposition, Thin films, $Bi_2S_3$

**1** L. Sheng-Cong, C. Li-Dong, Y. Qin,W. Chun-Fen, Appl. Phys. Lett. 90 (2007) 112106.
**2** Z. H.tenHaalf, H Strader,Grubac, M. Metikos-Hukovic, Thin Solid Films 413 (2002) 248.

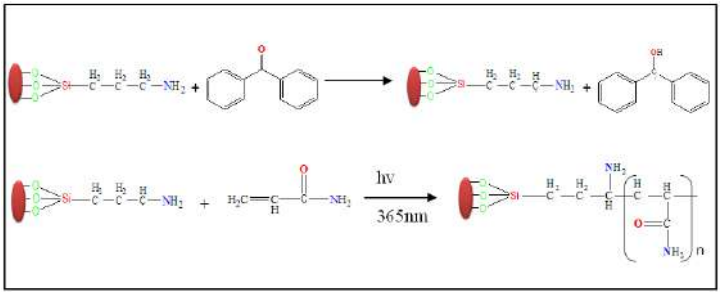
# Synthesis and characterisation of mesoporous PAAM-$NH_2$-MCM-41 adsorbent

Ali Saad [a b], Idriss Bakas [b], Manef Abderrabba [a], Mohamed M. Chehimi [b]

*[a)] Laboratory of materials, molecules and applications, IPEST Preparatory Institute of Scientific and Technical Studies of Tunis*
*[b)] Univ Paris Diderot, Sorbonne Paris Cité, ITODYS, UMR CNRS 7086, 15 rue J-A de Baïf, 75013, Paris, France.*

MCM-41 molecular sieves have first been by researchers at Mobil Oil [1]. The preparation of inorganic mesoporous MCM-41 has attracted considerable attention because of its potential application in catalysis and sorption for large molecules [2]. MCM-41 was used to remove organic and mineral effluents. In addition, modified mesoporous silicas were verified to be good adsorbent for the removal of heavy metals from solutions [3]. Modified MCM-41 materials were applied to adsorb anionic dyes, mercury [4].

A hybrid mesoporous PAAM-$NH_2$-MCM-41(scheme 1) was prepared by method of solvent dispersion in methanol by UV irradiation grafting polymerization and characterized using XRD, XPS, FTIR and TGA techniques.




**Scheme 1:** Preparation of PAAM-$NH_2$-MCM-41

**Key words:** Mésoporous adsorbent, Surface-initiated; Atom transfer radical polymerization; Polyacrylamide.

## References and notes

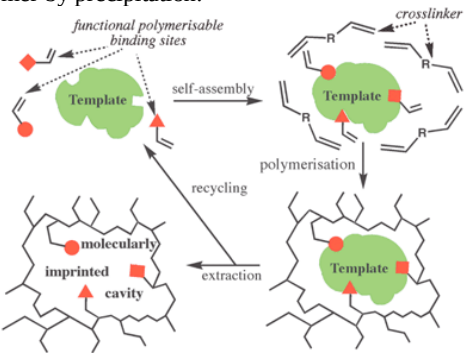
**3.** Chik, N.W.; Tz, S.T.; Chyan, N.L.J.; Kuei, J, Microporous Materials7 .1996, 173-185.
**4.** Idris, S, A; Davidson, C, M; McManmon, C; j, Hazardous Matrials 185, 2011, 898-904.
**5.** Perez-Quintanilla, D; Del Hierro, I; Fajardo, M; Sierra, j, Hazardous Matrials 134, 2006, 58-68.
**6.** Minmin, L; Li-an, H; Beidou, X; Ying, Z, Xunfeng, X, J, Applied Surface Science 273, 2013, 706-716.

# NEW BIOSOURCED MOLECULARLY IMPRINTED POLYMER: SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND STUDY OF THE EXTRACTION CAPACITY OF METHYLTESTOSTERONE

Asma SAADAOUI[a,b,c], Raouf MEDIMAGH[a], Anne BONHOMME[b], Corinne SANGLAR[b], Saber CHATTI[b], Hervé CASABIANCA,[b] Mongia SAID ZINA[c]

[a] *Laboratoire des Substances Naturelles LR02INRAP10, INRAP, Pôle Technologique de Sidi Thabet, Ariana 2020, Tunisie.*
[b] *Département Service Central d'Analyse, UMR 5280 CNRS, Institut des Sciences Analytiques, Université de Lyon 1, 5 Rue de la Doua, 69100 Villeurbanne, France*
[c] *Faculté des sciences de Tunis,Université de Tunis ELMANAR, Campus universitaire,2092,Tunisie*

Molecular imprinting [1,2] is a method of inducing molecular recognition properties in synthetic polymers in response to the presence of a template species during formation of the three-dimensional structure of the polymer. New molecularly imprinted biosourced polymers (MIPs) were prepared in this work for the specific retention of methyl testosterone. As a crosslinker Isosorbide-methacrylate or Isomannide-methacrylate were used the aim is to investigate their influence on the efficiency of the MIP. A set of polymers was prepared by radical polymerization under the same experimental condition using methacrylic acid as functional monomer by precipitation.




The novel methyltestosterone biosourced MIP was characterized. It was homogeneous, porous, selective, chemically and physically stable. A study of capacity was developed in order to be used as a SPE absorbent.

**Key words:** Molecularly imprinted polymers, Isosorbide, methyl testosterone

---

**References**

[1] K. Mosbach, O. Ramstrom, Biotechnology 14 (1996) 163.
[2] M. Kempe, K. Mosbach, J. Chromatogr. A 691 (1995) 317

# BENZALDEHYDE REDUCTION OVER Cu-Al-O BIMETALLIC OXIDE. INFLUENCE OF CATALYST PREPARATION pH

N. Haddad[a], A. Saadi[a], A. Löfberg[b], R.N. Vannier[b], E. Bordes-Richard[b], C.Rabia[a]

*[a)] Laboratoire de Chimie du Gaz Naturel, Faculté de Chimie, USTHB, BP 32, El-Alia, 16111 Bab-Ezzouar, Alger, Algérie (a)*
*[b)] Unité de Catalyse et de Chimie du Solide, UMR CNRS 8181, Université des Sciences et Technologies de Lille, Cité Scientifique, 59655 Villeneuve d'Ascq, France (b)*

Benzyl alcohol is intensively used as intermediates in a large number of pharmaceuticals syntheses [1,2]. It is also used as raw material in the manufacture of various esters in the cosmetics and flavor industries [3]. The catalytic benzaldehyde reduction, in gas phase, represents an interesting alternative for the benzyl alcohol production. Several materials are used as catalysts for this reaction. However, C=O hydrogenation selectivity is challenging and has not exceeded 80% due to the hydrogenolysis that generates toluene and benzene. Copper is suggested as a very effective metal to catalyze aromatic aldehyde hydrogenation to alcohols. It is usually supported on alumina that may play a structural role, in minimizing or avoiding sintering of Cu active species.

In this work, we propose the synthesis of bimetallic oxide, Cu-Al-O, by hydrothermal method, different from that conventional impregnation or ionic exchange. The hydrothermal method is to precipitate the aluminum (III) and copper (I) ions in the form of hydroxide at pH 8 and 12 using a Teflon-lined autoclave maintained at 220 °C for 65 h. The precipitate was then dried overnight at 80°C and calcined at 500°C under flow of $N_2$ for 3h.The two materials noted CuAl-8 (prepared at pH=8) and CuAl-12 (prepared at pH=12) were characterized by several techniques (BET, XRD, LRS, SEM-EDX TPR and XPS). Their structural properties were examined, after pre-treatment under $H_2$, by in situ X-ray diffraction and X-ray photoelectron spectroscopy. The second aim of this work is to examine the catalytic performance of these systems in the benzaldehyde reduction reaction at 150 and 200°C.

Characterization results showed that, the structural properties of CuAl-8 and CuAl-12 systems are similar. For both materials, the characteristic XRD patterns of tenorite (CuO) and alumina ($Al_2O_3$) phases are observed. In situ XPS analysis shows that amounts of $Cu^{2+}$ associated with $Cu^{+1}$ and/or $Cu^0$ species are still present over the surface of all the reduced and used catalysts. The exact role of the pH value is unknown. However, with the increasing of its value, the reducibility of the system is enhanced (TPR), Cu-O-Al linkage is formed (XPS, LRS), consequently, the dispersion of Cu species is improved, under reduced pretreatment or reaction conditions, a remarkable migration of sodium from the bulk to the surface is observed (HT-XPS). Catalytic results showed that the bimetallic oxide, Cu-Al-O, is active in the benzaldehyde reduction and that the catalytic performance is sensitive to the catalyst preparation pH. Thus, the benzaldehyde conversion increases from 54 to 72% with increasing of pH value from 8 to 12.At highly basic medium, benzyl alcohol was obtained with high selectivity (96%), while in less basic medium, the toluene is the only product observed.

**Key words:** Benzaldehyde, Benzylalcohol, Hydrogenation, Bimetallic oxide

---

**References**

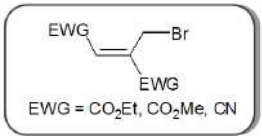
[1] J. Scognamiglio, L. Jones, D. Vitale, C.S. Letizia, A.M. Api, Food Chem. Toxicol. 50 (2012) S140–S160.
[2] Y. Zhou, J. Liu, X. Li, X. Pan, X. Bao, J. Nat. Gas Chem. 21(2012) 241–245.
[3] M. Li, X. Wang, N. Perret, M. A. Keane, Catal. Com. 46 (2014) 187–191.

# EFFICIENT SYNTHESIS OF SUBSTITUTED VINYL ETHERS

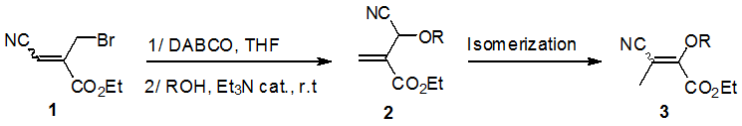
Fatma Saâdi, Aïcha Arfaoui, Hassen Amri*

*****Laboratory of Selective Organic Synthesis and Biological Activity, Faculty of Science, El Manar University, 2092 Tunis, Tunisia.
E-mail address: saadifatma276@gmail.com

The development of new and efficient synthetic methodologies for the preparation of some bioactive compounds constitutes a major challenge for organic chemists. Allyl bromides [1] are considered as interesting intermediates in several synthetic fields, as well as their biological activities including pyrrolin-2-one derivatives [2], isoxazolidin-5-ones [3] and β-functional α-methylene-γ-butyrolactones [4].




As part of our continuing study on the electrophilic reactivity of ethyl 2-(bromomethyl)-3-cyanoacrylate **1** toward alcohol as nucleophile, we describe in this communication, a new approach for the synthesis of vinyl ethers **3** through successive *O*-alkylation-isomerization reaction. The strategy proceeds by the direct substitution of a bromine atom with the 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octane providing a quaternary ammonium salt. The latter can be dislodged via $S_N2'$ reaction using oxygen nucleophiles such as aliphatic and aromatic alcohols in the presence of a catalyst like triethylamine at room temperature, to produce highly functionalized allyl ethers **2** which undergo a spontaneous isomerization led to the vinyl ethers **3**.




## References

[1] Arfaoui, A.; Amri, H. *Tetrahedron* **2009**, *65*, 4904.
[2] Beltaïf, I.; Besbes, R.; Ben Amor, F.; Villiéras, M.; Villiéras, J.; Amri, H. *Tetrahedron* **1999**, *55*, 3949.
[3] Arfaoui, A.; Beltaïef, I.; Amri, H. *Synth. Commun*. **2011**, *41*, 1.
[4] Loeffer, A.; Pratt, R. D.; Pucknat, J.; Gelbart, G.; Dreiding, A. S. *Chimia* **1969**, *23*, 413

# Synthesis, Structural Investigation and Electrochemical Characterization of $LaZr_2Cr_4Ni_5$ –based Metal Hydride Alloys

I. Sahli, O. Ghodbane, M. Abdellaoui

*Institut National de Recherche et d'Analyses physico-chimiques (INRAP), Laboratoire des Matériaux Utiles.*
*Pôle Technologique de Sidi Thabet, 2020 Sidi Thabet, Tunisie.*

In the last few years, the research of new negative electrode materials for Ni-MH accumulators has focused on $AB_3$ -type intermettalic compounds. These alloys present specifics capacities (~ 400 mAh/g) higher than those of $AB_5$-type alloys, a good stability and a low cost. In this context, this work focuses on the elaboration of a new $AB_3$-type alloy consisting in $LaZr_2Cr_4Ni_5$. This compound has been synthesized by a mechanical alloying (MA) process starting from a mixture of two binary precursors: $LaNi_5$ ($CaCu_5$-type structure, P6/mmm space group) and $ZrCr_2$-Laves phase ($MgZn_2$-type structure, P63/mmc space group). The corresponding synthesis reaction is the following:

$$LaNi_5 + 2\ ZrCr_2 \rightarrow LaZr_2Cr_4Ni_5 \quad (1)$$

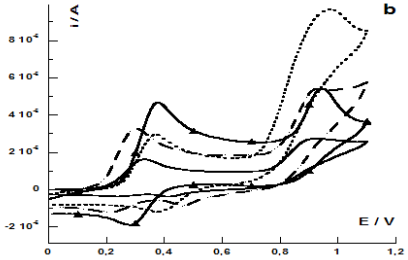
The $ZrCr_2$ and $LaNi_5$ precursors were prepared by UHF induction melting from pure elements. The chemical composition of the intermetallic precursors was determined by Electron Probe Micro Analysis (EPMA). For an alloying duration varied from 2 to 40 hours, the as-synthesized $LaZr_2Cr_4Ni_5$ alloys were constituted by a main hexagonal phase of $PuNi_3$-type structure mixed with other residual $ZrCr_2$, $LaNi_5$ and Cr phases. The weight contents of these ''impurities'' depend on the alloying duration. The phase-structural compositions of the alloys were determined by X-ray diffraction and quantified from the Rietveld refinement data. The chronopotentiometry, cyclic voltammetry and chronoamperometry techniques were applied to characterize the electrochemical properties of as-prepared alloys. The results showed that the discharge capacity reaches a maximum value of 227 mAh/g for the $LaZr_2Cr_4Ni_5$ –based material prepared after 12 hours of alloying time. A high electrochemical stability was also obtained with this compound in the alkaline solution upon a long term charge/discharge cycling. Such properties are beneficial for the application of $LaZr_2Cr_4Ni_5$ –based materials as negative electrodes in Ni-MH batteries. The hydrogen diffusion behavior in these alloys was characterized by cyclic voltammetry experiments after activation of the electrodes. The average value of the hydrogen diffusion coefficient in the $LaZr_2Cr_4Ni_5$ –based compounds is equal to $10^{-9}$ $cm^2$ $s^{-1}$

# Solvent effects on the electrochemical behavior of TAPD-based redox-responsive probes for Cadmium(II)

Rihab Sahli Gannouni[a,c], Janet Bahri[a], Issa Tapsoba[b], Khaled Boujlel[a], Noureddine Raouafi[a].

*[a)] Laboratoire de Chimie Analytique et Electrochimie, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis El Manar, Campus universitaire de Tunis El-Manar, 2092 Tunis.*
*[b)] Laboratoire de Chimie Organique : Structure et Réactivité, Département de Chimie, UFR/SEA, Université de Ouagadougou, 03 BP 7021 Ouagadougou 03, Burkina Faso.*
*[c)] Laboratoire Méthodes et Techniques d'Analyse, Institut National de Recherche et d'Analyse Physico-chimique (INRAP),BioTechPole Sidi Thabet, 2020 Ariana.*

Two tetralkylated phenylenediamines (TAPD) have been prepared by reductive alkylation of para-dimethylaminoaniline with furfural or thiophene 2-carboxaldehyde, respectively. Their chelation ability have been evaluated as electrochemical guest-responsive chemosensors for Cd(II) in acetonitrile (ACN), dimethylformamide (DMF), propylene carbonate (PC) and nitromethane (NM). The voltamperometric studies showed that these compounds are able to bind the Cd(II) cation with strong affinities except in DMF. The redox features of the chemosensors changed drastically when they are bounded to Cd(II) to undergo important anodic potential peak shifts comprised between 500 and 900 mV depending on the solvent. The addition of ~4-10% molar of acid was found necessary to achieve rapidly the cation chelation which is slow without the acid. The electrochemical investigations suggested the formation of 1:2 stoichiometry complexes $[Cd(L)2]^{2+}$. The results are discussed in terms of solvent effects as a competitive electron donating ligand to the cation. The Reaction Coupling Efficiency (RCE) values were determined and were also found to be solvent-dependent.




CVs showing the first and second oxidation stages of TAPD at 2.0 mM concentration; the curves were recorded in ACN (–▲–), in DMF (•••), in NM (- - -) and in PC (□□□) containing 0.1 M $TBABF_4$. Working electrode: glassy carbon (Φ = 3 mm), reference electrode: SCE (KCl 3M), scan rate: 0.1 $Vs^{-1}$.

**Key words:** Cadmium(II), Tetraalkyl-p-phenylenediamine (TAPD), Electroactive probes, Cyclic voltammetry, Solvent effects.

## References

R. Sahli, N. Raouafi, E. Maisonhaute, K. Boujlel, and B. Schöllhorn, Electrochim. Acta, 63, pp. 228-231, 2012.

# ETUDE DE L'EVAPORATION DE LA SAUMURE NATURELLE DE CHOTT EL JERID

H. SAID; R. FEZEI; A. M'NIF

*Laboratoire de Valorisation des Matériaux Utiles*
*Centre National des Recherches en Sciences des Matériaux*
*Pôle Technologique Borj Cedria - B.P.73 - 8027 Sliman. République Tunisienne*
e-mail : hajer.said16@gmail.com

Ce travail a pour objectif l'étude de l'évaporation isotherme d'un échantillon de saumure naturelle provenant de chott El Jérid. Il est essentiellement basée sur l'application de l'isotherme 35°C du système quinaire océanique ($Na^+$, $K^+$, $Mg^{2+}$/$Cl^-$, $SO_4^{2-}$// $H_2O$). Nous nous sommes servis de cette isotherme pour tracer les cheminements théorique et expérimental de la saumure étudiée lors de son évaporation et prévoir la séquence des sels successivement cristallisés. Les résultats de l'analyse chimique et de la diffraction des rayons X des phases solides collectées à partir des différentes étapes d'évaporation montrent que les séquences salines obtenues expérimentalement sont différentes des prévisions faites à partir du diagramme quinaire. L'accord est observé seulement pour la première séquence d'évaporation. Les écarts constatés ont été attribués à des phénomènes de sursaturation et de métastabilité souvent rencontrés dans les systèmes quinaires océaniques. L'isotherme 35°C a été aussi utilisée pour calculer le bilan de matière. Pour le chlorure de sodium (sel majoritaire) le bilan théorique montre que suite à l'évaporation de 87,4% de l'eau on récupère 95,8% de NaCl. La quantité en sel majoritaire (NaCl) que nous avons récupéré expérimentalement est de 83,1%. Elle est obtenue suite à l'évaporation de 68,3% de l'eau.

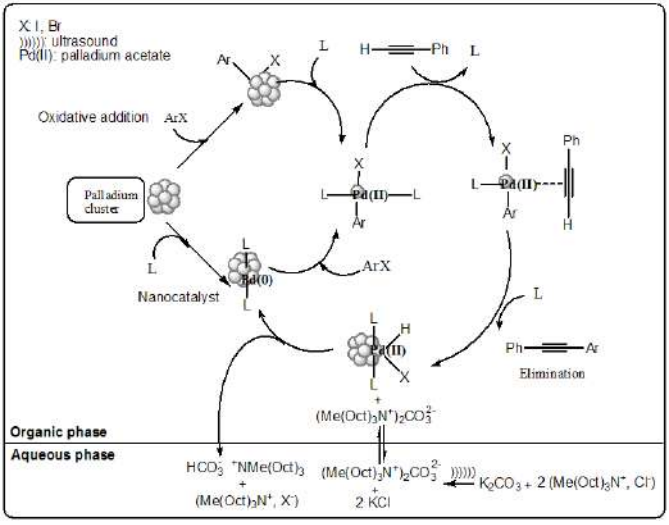
**Mots clés :** saumure, diagramme quinaire océanique, cheminement, évaporation isotherme.

# ULTRASONIC ACTIVATION OF SONOGASHIRA REACTION IN THE PRESENCE OF ALIQUAT-336 AT AMBIENT CONDITIONS

Khemaïs Saïd, Layla Mhamdi and Ridha Ben Salem

*Physical Organic Chemistry Laboratory, University of Sfax, Science Faculty of Sfax, 3018, Sfax, Tunisia*.
E-mail: said_khemais@ yahoo.fr

$Pd(OAc)_2$ combined with Aliquat-336 under ultrason conditions provided general and fast Sonogashira cross-coupling reactions of aryl halides with terminal alkynes [1], a number of ArX species (X= I, Br) were coupled with alkynes to afford the corresponding products in moderate to excellent yields under ultrasonic irradiation and the products show a high purity... we propose reactional mechanisms being able to explain the obtained results.




**Scheme:** Proposed of the mechanism for palladium Nanoparticules in Sonogashira C-C cross- coupling reaction.

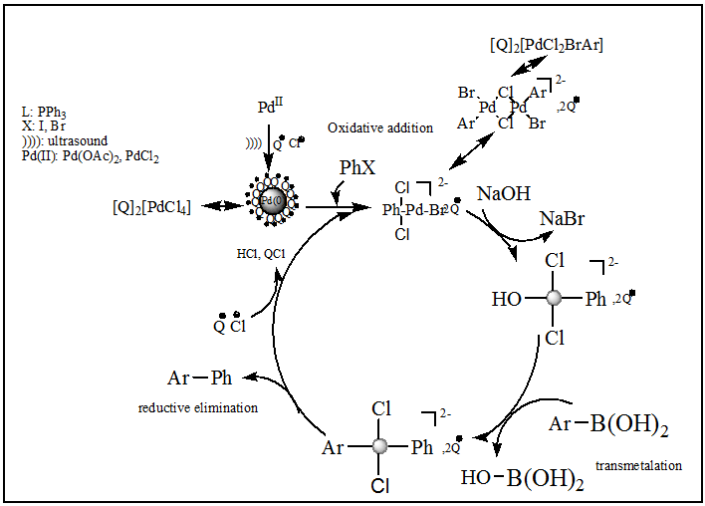
**[1]** L. Mhamdi, K. SAID, Y. MOUSSAOUI, R. BEN SALEM., *J. Soc. Chim. Tunisie,* **2013**, *15*, 149-162.

# SUZUKI REACTION BY PALLADIUM COMPLEXES IN BIPHASIC MEDIA UNDER ULTRASONIC IRRADIATION

Khemais Said and Ridha Ben Salem

*Physical Organic Chemistry Laboratory, University of Sfax, Science Faculty of Sfax, 3018, Sfax, Tunisia.*
E-mail: Said_khemais@yahoo.fr

The cross-coupling reaction of aryl halide and aryl boronic acids in a biphasic medium to room temperature. Reaction conditions for the cross-coupling were optimized using $PdCl_2$ and $Pd(OAc)_2$ under aerobic condition.
Yields are remarkably improved under ultrasonic irradiation and the products show a high purity. In this respect, we propose reactional mechanisms being able to explain the obtained results.




**Scheme.** Proposed mechanism for the Suzuki cross-coupling reaction catalyzed by palladium under ultrasound.

**Key words:** Suzuki, Arylation, Palladium, Ultrasonic irradiation

# ELCTROREDUCTION AS PRETREATMET TO ENHANCE BIODEGRADABILITY OF METRONIDAZOLE

I. Saidi[a,b], I. Soutrel[c] , D. Floner[b], F. Fourcade[c],
A. Amrane[c], F. Geneste[b] , N. Bellakhal[a]

[a)]*Unité de recherche de Catalyse, d'Electrochimie, de Nanomatériaux et leurs applications et de didactique CENAD, INSAT, B.P.N°676, 1080 Tunis Cedex, Tunisie.*
[b)] *Institut des Sciences Chimiques de Rennes, Université de Rennes 1, UMR-CNRS 6226, Campus de Beaulieu, 35042 Rennes Cedex, France.*
[c)] *Institut des Sciences Chimiques de Rennes, Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Rennes ENSCR, UMR-CNRS 6226, Avenue du Général Leclerc,CS 50837, 35042 Renne Cedex 7, France.*

This work describes the removal of metronidazole, a biorecalcitrant antibiotic by coupling an electrochemical reduction with a biological treatment. Metronidazole contains a nitro group that is known to reduce the biodegradability of the molecule.

Two electrochemical methods were tested to reduce the nitro group: a direct reduction in acidic medium and an indirect reduction using a catalyst, titanium complex [1]. A total degradation of metronidazole was obtained, while the mineralization yields remained limited. Catalyst had a significant effect on the biodegradability trend, since indirect electrolysis seems to offer higher selectivity than direct electrolysis for the formation of more biodegradable by-products. The $BOD_5$ / COD ratio increased from 0.2 after direct electrolysis to 0.31 and 0.42 after reduction with 10 and 20 mg $L^{-1}$ of titanocene, respectively [2].

This enhancement of biodegradability was confirmed during the biological treatment, since the mineralization yields of the electrolyzed solutions increased significantly 85% of total organic carbon TOC was removed by means of the combined process.

**References**

[1] D. Floner, L. Laglaine, C. Moinet *Electrochim. Acta* (1997) 42, 52.
[2] I. Saidi, I. Soutrel, D. Floner, F. Fourcade, N. Bellakhal, A. Amrane, F. Geneste, *Journal of Hazardous Materials*, 2014, *278*, 172.

# Sol–gel synthesis, structural and optical properties of boron-doped $TiO_2$ thin films deposited on ITO glass substrates

SAIDI Wassila[a], EL MAAOUI Mohamed [a]

*a) Research Unit of inorganic chemistry applied, Department of Chemistry, Faculty of Sciences of Tunis, 2092 El Manar, Tunis, Tunisia.*

$TiO_2$ exists in three crystalline phases: anatase, rutile and brookite. Of these forms, anatase $TiO_2$, a wide band-gap (3.0–3.2 eV) semiconductor, is one of the most prominent oxide materials for performing various kinds of industrial applications such as photovoltaic [1], photocatalytic [2] and photochromic. Among the applications of $TiO_2$, photovoltaic application for dye sensitized solar cell (DSSC) is of great interest these days due to its fine physical, chemical and optical properties [3]

In this investigation, the boron-doped and undoped high transparent $TiO_2$ films on ITO glass substrates were prepared by sol–gel spin coating method using titanium (IV) isopropoxide as a Ti source and boric acid ($H_3BO_3$) as B precursors.

The structural and optical characterizations of boron $TiO_2$ thin films were carried out using X-ray diffraction (XRD) and UV–vis transmittance spectroscopy.

The results indicated that the films of $TiO_2$, doped with $B_2O_3$ in 700°C promote the adhesion layers to the substrate. In our studies, we observed that the crystallinity of $TiO_2$ films increases when the molar ratios of $TiO_2/H_3BO_3$ increases and the structure changes when this proportion increases.

The transmission of film as an optical parameter was characterized by spectrophotometer. With respect to other experimental results, a high transmission spectrum without any fluctuation in visible wavelength region has been recorded. According to transmission spectrum of film the refractive index and ban gap has been determined. Experimental result has shown that the prepared film has high transmission and good optical parameters.

**Key words**: Titanium dioxide ($TiO_2$), boron-doped thin films Of $TiO_2$, Sol-Gel, Spin-coating

**References**

[1] Noshin Mir, Masoud Salavati-Niasari, Photovoltaic properties of corresponding dye sensitized solar cells: Effect of active sites of growth controller non TiO2 nanostructures, Solar Energy 86 (2012) 3397–3404

[2] D. Robert, B. Dongui, J.V. Weber, Heterogeneous photocatalytic degradation of 3-nitroacetophenone in TiO2 aqueous suspension, J. Photochem. Photobiol, 156 (2003) 195.

[3] L. Ge, M. Xu, H. Fang, Thin Solid Films 515 (2007) 3414].

# Synthèse d'hétérocycles oxygéno-azotés complexes via des iminoesters fonctionnalisés

Tarak Saïed[a], Nourchaine Jelaiel[a], Mohammed Lotfi Efrit[a], Corinne Comoy[b], Yves Fort[b]

*[a)] Laboratoire de Synthèse Organique et Hétérocyclique (LSOH), Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis El Manar, 2092, Tunisie.*
*[b)] Structure et Réactivité des Systèmes Moléculaires Complexes (SRSMC)*
*Faculté des Sciences et Technologies, Université de Lorraine,*
*54506, Vandoeuvre-lès-Nancy, France*
tarak.saied@gmail.com

Les iminoesters fonctionnalisés font l'objet depuis plusieurs années de nombreux travaux de recherches entamés ou accomplis par notre équipe. En effet, des familles d'iminoesters comportant un groupe fonctionnel en position 2, 3 ou 4 par rapport à l'azote ou par rapport au carbone imidique ont été synthétisées et employées pour accéder à une grande variété d'hétérocycles telles que les quinoléines, les benzoxazines, les triazoles et les quinazolinethiones. [1].

Le présent travail porte sur la synthèse de systèmes polyfonctionnalisés hétérocycliques oxygéno-azotés à 6, 7 ou 8 chainons à partir d'iminoesters fonctionnalisés.

Il décrit les différents éléments de la fonctionnalisation régiosélective de ces systèmes hétérocycliques par des séquences de lithiation/piégeage électrophile faisant appel à des systèmes basiques variés tels que les alkyllithiens, les amidures de lithium, les bases activées, les superbases… [2].

**Mots clefs:** Iminoesters, Hétérocycle, Organométallique, Régiosélectivité,

## References

[1] M. L. Efrit, B. Hajjem et B. Baccar. J. Soc. Chim. Tunisie 1993, 3(6), 361.
[2] Fort, Y.; Comoy, C. Chapter "Lithiated heterocycles in modern synthesis" in "Lithium compounds in organic synthesis – From fundamentals to applications", Luisi, Capriati (Eds), Ed Wiley VCH Verlag, 2014, 423-462.

# Cycloaddition dipolaire- 1,3 des aryles nitriles oxydes sur les dérivés isoindolinones

Randa Sakly, M. Mehdi Rammeh, Moheddine Askri

*Laboratoire de Chimie Organique Hétérocyclique Produits Naturels et Réactivité*
*Université de Monastir, Faculté des sciences de Monastir Route de Kairouan,*
*5000 Monastir, Tunisie.*
E-Mail : randa.sakly@yahoo.fr

Durant les dernières années, l'étude des isatins a connu un grand développement du à la mise en évidence de leurs activités cytotoxique et antineoplastique.[1]
Ainsi, il nous a donc paru intéressant de poursuivre les recherches dans ce domaine en examinant la synthèse de nouveaux dérivés de l'isatin telque l'isoindolinones.
Dans ce cadre, nous nous sommes orientés vers la cycloaddition dipolaire- 1,3 des dérivés isoindolinones **1** sur les aryles nitrile oxydes[2] **2**. (Schéma **1**)

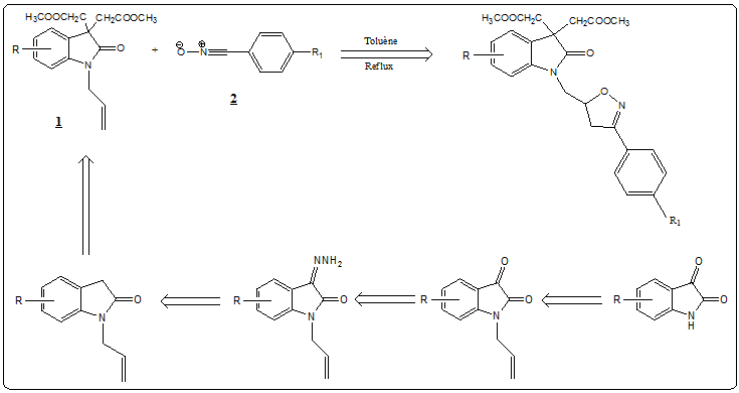



Schéma **1**

**Mots clés:** cycloaddition dipolaire -1,3, Aryles nitrile oxydes, isoindolinone, isatin.

[1] J. Ma, S. Li, K. Reed, P. Guo, J.M. Gallo, J. Pharmacol. Exp. Ther. 305 (2003), 833-839.
[2] H. Jelizi et al, *J. Soc. Chem. Tunisie*, (2008), 10, 23-30.

# CORRELATION BETWEEN THE REDUCED REDLICH-KISTER FUNCTIONS AND THE LIMITING EXCESS PARTIAL MOLAR PROPERTIES OF N,N-DIMETHYLACETAMIDE + 2-ETHOXYETHANOL BINARY MIXTURES.

H. Salhi[a], Z. Trabelsi[a], M. Hichri[b], D. Das[c], N.O. Alzamil[d], N. Ouerfelli[a,d].

*[a)] Université de Tunis El Manar, Laboratoire Biophysique et de Technologies Médicales LR13ES04, Institut Supérieur des Technologies Médicales de Tunis, 9 Avenue Dr. Zouhaier Essafi 1006 Tunis, Tunisie.;*
*[b)] Université de Tunis El Manar, Faculté des Sciences de Tunis, LR01SE10, Laboratoire de Thermodynamique Appliquée, Département de Chimie, 2092 Tunis, Tunisie.*
*[c)] Department of Chemistry, Dinhata College, North Bengal* University**,** *Dinhata-736135, Cooch-Behar, West Bengal, India.;*
*[d)] University of Dammam, Department of Chemistry, College of Science, P.O. Box 1982, Dammam 31441, Saudi Arabia.;*

Study of thermodynamic and transport properties of binary mixtures as a function of temperature or pressure have attracted much attention from several decades, most such studies have concerned mixtures containing light molecules. The binary solvent systems containing amides as one of the components are interesting liquid systems for the study of molecular interactions. Amides are the most common solvents used in chemical reactions and in many industrial processes.

Excess molar volumes, viscosity deviations and isentropic compressibility changes in N,N-dimethylacetamide + 2-Ethoxyethanol binary mixtures at (298.15, 308.15 and 318.15) K. were calculated from experimental density, viscosity and sound velocity data presented in previous work. Here these experimental values were used to test the applicability of the correlative reduced Redlich-Kister equation and the Herráez equation as well as their corresponding relative functions. These relative functions are important to reduce the effect of temperature and, consequently, to reveal the effects of different types of interactions. Limiting excess partial molar volume was deduced from different methods, activation parameters and partial molar Gibbs energy of activation of viscous flow against compositions were investigated [1-3]. The results of these observations have been interpreted in terms of structural effects of the solvents. The correlating equation recently proposed by Belda, has also been applied to the present system in order to assess the validity of this equation.

**Key words:** Binary liquid mixture • Arrhenius activation energy • Reduced Redlich-Kister equation • Interaction • 2-Ethoxyethanol.

---

**References**

[1] D. Das. and D.K. Hazra, Indian J Phys. 77 (B), 519 (2003).
[2] D. Das, B. Das and D.K. Hazra, J. Mol. Liq. 115, 135 (2004).
[3] N. Ouerfelli, O. Iulian and M. Bouaziz, Phys. Chem. Liq. 48 (4), 488 (2010).

# ISOLATION ET PURIFICATION DES PARAFFINES PETROLIERES

Mariem SAMCHA*, Wadia DHAOUI AMMAR**

*Entreprise Tunisienne d'Activités Pétrolières, 54 Avenue Mohamed V - 1002 Tunis, Tunisie.
**Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis El Manar- 2092 Tunis, Tunisie.

La production du pétrole brut paraffinique présente de sérieux problèmes opérationnels à cause des obstructions possibles susceptibles de se produire dans les canalisations de la chaîne de production. En effet, lors des échanges thermiques entre l'huile brute et le milieu extérieur, tout abaissement de la température en dessous de la température de cristallisation commençante, entrainent la précipitation des normales paraffines contenues dans le brut, formant ainsi un dépôt. La conséquence directe est la réduction de la section d'écoulement et donc le ralentissement de la production voire son arrêt.

A cet effet, la caractérisation appropriée de la teneur et de la composition des cires de paraffines présentes dans l'huile brute est l'un des obstacles majeurs à résoudre. Les informations obtenues seront d'une grande importance pour nous aider à expliquer les causes de la formation du dépôt et d'être en mesure de comprendre, prévoir et empêcher cette précipitation.

Diverses méthodes ont été employées pour caractériser et identifier les paraffines présentes dans les pétroles bruts. Cependant, les travaux qui ont été réalisés jusqu'à présent sur les huiles Tunisiennes (boukadi 2007) n'ont pas abouti à la récupération de paraffines pures. En effet, l'application des méthodes de précipitation connues telles que celles de Burger et al (1981), ont toujours mené à des paraffines contaminées par la co-précipitation d'autres composés lourds et plus particulièrement par les asphaltènes.

Dans ce travail, nous avons développé une nouvelle méthode d'extraction des paraffines dont l'objectif principal est l'obtention de paraffines pures.

**Mots clés :** pétrole brut, dépôt, paraffine, précipitation.

# SYNTHESIS, STRUCTURAL AND SPECTROSCOPIC CHARACTERIZATIONS OF $Li_{(x)}Na_{(1-x)}Y_{(1-y)}Eu_{(y)}(PO_3)_4$ COMPOUNDS

Sihem Sebai[(a)], Faouzi ben Brahim[(a)], Rachid Mahiou[(b)]

*(a) Faculty of Sciences of Tunis, Tunis el Manar University, Tunisia*
*(b) Institue of chemistry, Blaise Pascal University, Clermont Ferrand, France*

In the present work, we report the synthesis and the structural and spectroscopic characterizations of $Li_{(x)}$ $Na_{(1-x)}Sm(PO_3)_4$ , with x = 0, 0.5 and 1. The title compounds were grown by solid state reactions and the obtained powders were identified by X-ray diffraction, FT-IR and Raman vibrational spectroscopies. The obtained polycrystalline powders were single-phased and crystallize in the monoclinic system. It was observed that the lattice parameters are affected by the substitutions of $Na^+$ (r = 0.95 Å) by $Li^+$ (r = 0.60 Å) ions.

In the case of the vibrational study, the frequencies of $(PO_3)^-$ chains in polyphosphates are assigned on the base of the $(O–P–O)^-$ groups and the P–O–P bridge. Thus, the band attribution was made based on vibration of theses groups and bridges in this work. A comparison with the spectra of similar compounds [1-4] was used to assign tentatively the IR and Raman bands. The IR absorption spectrum is characterized by the appearance of a band around 1250 $cm^{-1}$ which is assigned to the asymmetric vibration $\nu_{as}$ of $(PO_2)$; this band is observed in the Raman spectra between 1182 and 1229 $cm^{-1}$, while the weak and strong bands between 1065 and 1137 $cm^{-1}$ in the IR spectra and that observed in the Raman spectra in 1119 $cm^{-1}$ are attributed to the symmetric vibration $\nu_s$ of $(PO_2)$. The large and intense band around 900 $cm^{-1}$ in the IR spectra and its counterpart situated toward 1011 $cm^{-1}$ in the Raman spectra are assigned to the asymmetric vibration $\nu_{as}$ of (P–O–P). We attribute also, the few bands between 688 and 798 $cm^{-1}$ in the IR spectra and at 698 $cm^{-1}$ in the Raman spectra to the symmetric vibration νs of (P–O–P). The bands of deformation $\delta(PO_2)$ and $\delta$(POP) are observed in frequencies range between 447 and 530 $cm^{-1}$ in IR and between 238 and 427 $cm^{-1}$ in Raman spectra.

[1] J. Amami, M. Ferid, M. Trabelsi-Ayedi, Mater. Res. Bull. 40 (2005) 2144.
[2] R. Reisfeld, C.K. Jorgensen, Handbook of the Physics and Chemistry of Rare Earths, Elsevier, Amsterdam, 1987.
[3] A. Jouini, M. Ferid, M. Trabelsi-Ayedi, Mater. Res. Bull. 38 (2003) 437.
[4] M. Ferid, M. Dogguy, N.K. Ariguib, M. Trabelsi-Ayedi, J. Solid State Chem. 53(1984) 149.

# Synthesis and crystal structure of an unusual dinuclear μ-oxobridged iron(III) complex

Wafa Selmi, Jawher Abdelhak, Mohamed Faouzi Zid & Ahmed Driss

*Laboratory of Materials and Crystallochemistry, Faculty of Science, El-Manar University, 2092 Tunis, Tunisia.*
E.mail:Selmiwafa88@gmail.com

The synthesis of the new phase of formula $(C_{12}H_8N_2)[Fe_2(O)(C_{12}H_8N_2)_2(H_2O)_3](NO_3)_3$ was made by wet slow evaporation at room temperature. The developed layer is subject to a structural analysis by X-ray single crystal and characterized by infrared spectroscopy and by UV-visible spectroscopy. The phase crystallizes in the monoclinic system, C2/c space group with the cell parameters: a=27.729(2)Å, b=10.452(4)Å, c=21.457(2)Å, β=115.869(2)° and Volume = 5596(2)Å$^3$. The structure was solved by the direct method and refined by the method of least square based on F2. The final values of the factors of reliability are: R = 5.79% and Rw = 14.29%.

The iron atoms are hexacoordinate, bound to two atoms of the bidentate phenanthroline (phen) ligand[1,2], three molecules of water and a bridging oxygen atom O(13) positioned at the twofold axis. The coordination geometry of the central atom (Fe) is bipyramidal slightly distorted square base. The structure of the compound (Fig. 1) is formed by layers of cation dinuclear $\{(C_{12}H_8N_2) + [Fe_2(O)(C_{12}H_8N_2)_2(H_2O)_6] + 3(NO_3)\}^+$ arranged parallel to the plane (010). The formation of the layers is provided by the π-π interactions and hydrogen bonds.

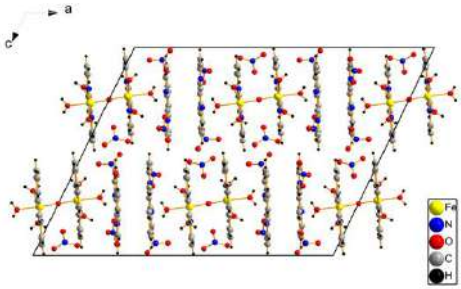



**Fig.1:** Projection of the structure of the compound $(C_{12}H_8N_2)[Fe_2(O)(C_{12}H_8N_2)_2(H_2O)_3](NO_3)_3$ on the plane (ac) showing a profile of the layers of complex cations.

**Keywords:** phenanthroline, dinuclear oxo-iron complex, structural studies, physico-chemical properties.

[1] N. Armaroli, Chem. Soc. Rev. 30 (2001) 113.
[2] D.V. Scaltrito, D.W. Thompson, J.A. O'Callaghan, G.J. Meyer, Coord. Chem. Rev. 208 (1) (2000) 243.

# SYNTHESIS, SRUCTURAL AND OPTICAL PROPERTIES OF $LaHoO_3$

A. Siaï [a], K. Horchani-Naifer [a], M. Férid [a]

*a)Laboratoire de Physico-Chimie des Matériaux Minéraux et leurs Applications, Centre National des Recherches en Sciences des Matériaux, Technopole de Borj Cedria, B.P.73, 8027 Soliman, Tunisia*

Holmium rare earth element is known for its interesting applications in lasers [1]. Few researches, dealing with elaboration of $LaHoO_3$ and the investigation of optical properties of holmium included in perovskite lattice, have been reported [2-4]. In this work, the synthesis of $LaHoO_3$ was realized using two methods combustion and hydrothermal, where the characterization of samples by DRX shows the formation of an oxide type perovskite.

Optical study is carried out in order to investigate the photoluminescence properties of $LaHoO_3$ in UV-visible. Moreover, *ab initio* calculations within the framework of density-functional theory (DFT) employing the generalized gradient approximation (GGA) were performed in order to study the band structural, density of states and optical properties.

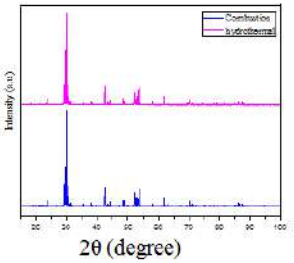



**Figure 1:** DRX patterns for $LaHoO_3$ prepared using hydrothermal and combustion method

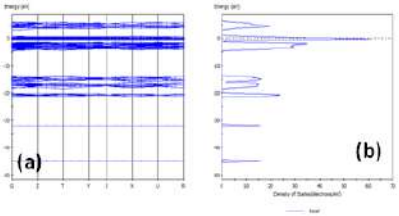



**Figure 2 :** Calculated energy band structure (a) and total density of states (b)

**Key words:** Holmium, photoluminescence, perovskite, DFT.

**References:**

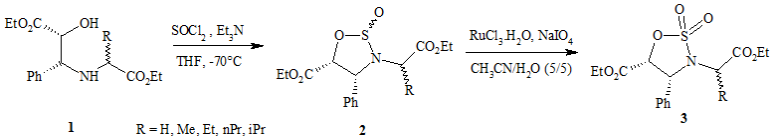
[1] Stuart D. Jackson, Nature Photonics, 6 (2012) 423-431.
[2] A. Martinelli, R. Masini, C. Artini, G. A. Costa and L Keller, J. Phys : Condens. Matter, 25 (2013) 426005.
[3] C. Artini, G.A. Costaa, M.M. Carnascialib, R. Masinic, Journal of Alloys and Compounds 494 (2010) 336–339.
[4] K. Ito, K. Tezuka, and Y. Hinatsu, Journal of Solid State Chemistry, 157 (2001), 173-179.

# DIASTEREOSELECTIVE SYNTHESIS OF NOVEL FUNCTIONALIZED 1,2,3-OXATHIAZOLIDINE-2-OXIDES CONFIGURATIONAL ASSIGNEMENT AND VERSATILITY

Soumaya SLAMA and Rafâa BESBES

*Laboratoire de Chimie Analytique et d'Electrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis-El Manar, Campus Universitaire, 2092 El Manar 1, Tunis, Tunisie*
rafaa.besbes@fst.rnu.tn.

Cyclic sulfamidites and sulfamidates have served as important building blocks for the synthesis of various products possessing heteroatomic functional groups. As part of our ongoing program aimed at the synthesis of azaheterocycles, β-aminoalcohol diesters **1** appreared to be suitable starting point for the preparation of functionalized 1,2,3-oxathiazolidine-2-oxides (sulfamidites) **2** upon treatment with thionyl chloride. Aminoalcohol diester **1a** (R=H) reacts with thionyl chloride affording a pair of diastereomeric sulfamidites (endo and exo). However, reactions of more sterically hindred aminoalcohol diesters (R=alkyl) lead only to the exo diastereoisomeric products. The assignement of the configuration at sulfur atom for the diastereoisomeres **2a** (endo and exo) was made on the basis of $^1$H-NMR spectral data and confirmed by single-cristal X-ray analysis of the major isomer. Oxidation of these sulfamidites with the ruthenium tetraoxide/sodium periodate system affords 1,2,3-Oxathiazolidine-2,2-dioxides (sulfamidates) **3**, which are recognized as an important class of heterocycles with both synthetic and pharmaceutical applications.




**1** R = H, Me, Et, nPr, iPr **2** **3**

**Key words:** 1,2,3-Oxathiazolidine-2-oxides, 1,2,3-Oxathiazolidine-2,2-dioxides.

## References

[1] (a) Han, Z.; Meyer, A. M.; Xu, Y.; Zhang, Y.; Bush, R.; Shen, S.; Grinberg, N.; Lu, B. Z.; Krishnamurthy, D.; Senanayake, C. H. *J. Org. Chem*. **2011**, 76, 5480. (b) Denoël, T.; Zervosen, A.; Lemaire, C.; Plenevaux, A.; Luxen, A. *Tetrahedron* **2014**, 70, 4526.

[2] (a) Slama, S.; Ould Elemine, B. and Besbes, R. *Synthetic Commun*. **2013**, 43, 2286-2293. (b) Slama, S. Besbes, R. *Tetrahedron* **2014**, 70, 4732-4737.

# SYNTHESIS OF SOME 3,4-DIHYDROPYRIMIDINONES/THIONES AND THE EVALUATION OF THEIR ANTIBACTERIAL AND ANTIOXIDANT ACTIVITY

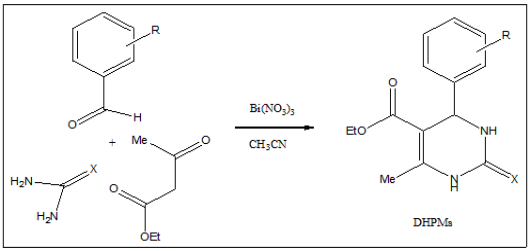
Hela Slimi[a], Younes Moussaoui[a,b] and Ridha Ben Salem[a]

[a] *Physical Organic Chemistry Laboratory (UR11ES74), Science Faculty of Sfax, Sfax University, Tunisia.*
[b] *Science Faculty of Gafsa,Zarroug city, 2112, Gafsa, Gafsa University, Tunisia*

The heterocyclic compounds are increasingly used in medicinal and pharmaceutical industry. Dihydropyrimidinones/thiones are among these heterocycles that hold the attention of researchers for their biological importance as anticancer, antihypertensive and anti-inflammatory...

In this work, 3,4-dihydropyrimidinones/thiones have been synthesized by the Biginelli reaction **[1-4]**of aldehydes, ethylacetoacetate and urea/thiourea in acetonitrile .This has been done by using nitrate of bismuth (III) as the catalyst**[1,4]**. Six compounds have been selected and screened for their antibacterial activities: *staphylococcus aureus*, *Escheria coli* and *pseudomonas aeruginosa*. This experiment has been carried out by the disk diffusion method. The same compounds have been subjected to radical 1,1- diphenyl- 2 -picrylhydrazyl ( DPPH Test) in order to evaluate their antioxidant activities.

The results obtained show that 5-Ethoxycarbonyl-6-methyl-4-phenyl-3,4 dihydropyrimidin-2(1H)-thione, 5-(Ethoxycarbonyl)-4-(4-hydroxyphényl)-6-méthyl-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-thione and 5-Ethoxycarbonyl-6-méthyl-4-(4-méthoxylphényl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-thione possess antioxidant and other antibacterial activities.




Biginelli reaction catalyzed without nitrate of bismuth under ultrasound in acetonitrile

**Keywords**: dihydropyrimidinones/ thiones, Biginelli, antibacterial, antioxidant.

## References

**[1]** Slimi, H.; Moussaoui Y.; Ben Salem, R. *Arabian Journal of Chemistry*, **2011** (*In Press*).
**[2]** Slimi, H.; Moussaoui Y.; Ben Salem, R. *Journal Tunisian Chemical Society*, **2012**, 14,1-5.
**[3]** Slimi, H.; Said, K.; Moussaoui Y.; Ben Salem, R. *International Journal of Organic Chemistry*, **2013**, 3, 96-100.
**[4]** Ben Messaouda, M.; Slimi, H.; Moussaoui Y.; Ben Salem, R. *Journal Brazilian Chemical Society*, **2014** (*In Press*)

# Geographical variation of *pistacia lentiscus* leaves: A comparative antioxidant and lipid peroxidation inhibition of its different extracts.

Samira Sliti[a], Sameh Ayadi[a], Mohamed Arbi Khouja[b], Dominique Perrin[c], Manef Abderrabba [a]

*a : Unité de recherche Physico- Chimie Moléculaire., IPEST, BP51, La Marsa 2070, Tunisia.*
*b : Institut National de Recherches en Génie Rural, Eaux et Forêts, 2008, Ariana, Tunisia.*
*c: Laboratoire d'Etudes et de Recherche sur Matériau Bois (LERMaB), 54506 Vandoeuvre -lés -Nancy Cedex , France.*

The present work to examined and compare the antioxidant activity, total phenolic content, and lipid peroxidation inhibition of various organic extracts, using solvents of increasing polarity [(hexane, ethyl- acetate, absolute ethanol, absolute methanol, and aqueous methanol (methanol: water, 80:20 and 50:50 v/v)], from the leaves of P*istacia lentiscus L. (Anacardiaceae)* growing in three arboreta of Tunisia (North East and North West Tunisia). The antioxidant activity was determined by employing in vitro antioxidant assay such as α, α-diphenyl-β-picryl-hydrazyl free radical ($DPPH^{\cdot}$) scavenging activity. The methanol: water (80: 20 v/v) exhibit higher antiradical activities ($EC_{50}$ = 13.37±0.2-15.66±0.47µg/ml). The antioxidant capacity of the various organic extracts as α-tocopherol and catechin standards was in the order of methanol: water (80: 20 v/v) □ methanol: water (50: 50 v/v) □ methanol □ ethanol □ ethyl-acetate □ hexane extract.

Lipid peroxidation inhibition of different extracts was realized using the induced oxidation method of methyl linoleate. The methanol: water (50: 50 v/v) exhibited the highest percentage inhibition of the autoxidation of methyl linoleate (OUI= 74.16%). Antioxidatives capacities (OUI %) led us to classify the antioxidant properties of extracts from the highest to the lowest as follow methanol: water (50: 50 v/v) □ methanol: water (80: 20 v/v) □ methanol absolute. The geographical variations in $DPPH^{\cdot}$ Scavenging activity and lipid peroxidation inhibition were observed, characterized Kef arboreta (North West Tunisia). A good correlation was found to be significant between total phenolic content and total antioxidant activity.

**Keywords:** *Pistacia lentiscus;* Lipid peroxidation; methyl linoleate; extracts; antioxidant activity, total phenolics content.

# ETUDE DE L'EFFET DU TRAITEMENT THERMIQUE SUR LA COMPOSITION CHIMIQUE ET L'ACTIVITE ANTIOXYDANTE D'UN EXTRAIT ETHANOLIQUE DES FEUILLES DE *MYRTUS COMMUNIS* L.

Ahmed Snoussi[a,b], Mariem Arfaoui[a], Nabiha Bouzouita[a,b]

*[a)] Ecole Supérieure des Industries Alimentaires de Tunis,*
*58 Avenue Alain Savary Cité Elkhadra, Tunis*
*[b)] Laboratoire de Chimie Organique et Structurale, Faculté des Sciences de Tunis.*

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à l'étude de l'effet du traitement thermique sur la composition chimique et l'activité antioxydante d'un extrait éthanolique obtenu à partir des feuilles de *Myrtus communis* L. une plante largement distribuée dans la flore tunisienne et utilisée dans la médecine traditionnelle.

Différentes températures (55, 110 et 220 °C) et durées (15, 30 et 45 min) ont été employées suivant un plan d'expérience à 3 factoriels. Les extraits obtenus ont été étudiés pour leurs teneurs en phénols totaux, flavonoïdes et proanthocyanidines, leurs activités antioxydantes et comparés à un extrait témoin n'ayant pas subi de traitement.

Les résultats obtenus ont montré que les traitements thermiques ont entrainé une diminution des teneurs en phénols totaux, flavonoides et proanthocyanidines et une amélioration de l'activité antioxydante qui peut etre expliquée par la formation de nouvelles molécules douées de pouvoir antioxydant plus intense.

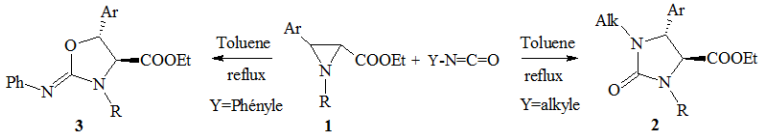
**Mots clés :** *Myrtus communis* L., traitement thermique, phénols totaux, activité antioxydante.

# SYNTHÈSE D'IMIDAZOLIDIN-2-ONES ET D'OXAZOLIDIN-2-IMINES A PARTIR D'AZIRIDINE-2-CARBOXYLATES

Mohamed Ali Tabarki et Rafâa Besbes

*Laboratoire de Chimie Analytique et d'Electrochimie, Faculté des Sciences de Tunis, Département de Chimie, Campus Universitaire 2092 El Manar, Tunis, TUNISIE*
rafaa.besbes@fst.rnu.tn

Les aziridines sont depuis longtemps une source d'intérêt pour les chimistes. Ces petits cycles sont connus aussi bien pour être des synthons importants en synthèse organique que pour composer une partie du squelette de divers produits naturels biologiquement actifs[1]. La capacité des aziridines à subir des réactions régio- et stéréosélectives d'ouverture et d'agrandissement du cycle, permet à ces composés d'être considérés comme étant des précurseurs synthétiques d'une grande valeur. Dans un souci d'explorer la réactivité de ces composés en tant que précurseurs potentiels de nouveaux hétérocycles azotés, susceptibles de présenter un profil biologique intéressant[2], nous avons axé le présent travail sur l'étude de la réactivité des aziridine-2-carboxylates **1** vis-à-vis des isocyanates N-substitués. Cette étude nous a permis de mettre au point deux voies de synthèse, hautement régio- et stéréosélective, de nouvelles imidazolidin-2-ones **2** et d'oxazolidin-2-imines **3**.




**Mots-clés:** Aziridines-2-carboxylates, Imidazolidin-2-ones, Oxazolidin-2-imines.

## Références

[1] Rui, L.; Hui, Jiang.; Wan-Li, Liu.; Pei-Ming, Gu.; Xue-Qiang, Li. *Chinese.Chem. Letters* **2014**, 25, 583-585.

[2] D'hooghe, M.; Dekeukeleire, S.; Mollet, K.; Lategan, C.; Smith, P. J.; Chibale, K.; De Kimpe, N. *J. Med. Chem*. **2009**, 52, 4058.

# NEW GEOPOLYMERIC REPAIR MORTAR BASED ON A CALCINED TUNISIAN CLAY

W.Tahri[a], B.Samet[a], F.Pacheco.Torgal[b], J.L.Barroso de Aguiar[b], C.Jesus[b], S.Baklouti[a]

[a)] *University of Sfax, Laboratory of Industrial Chemistry, Sfax, Tunisia*
[b)] *University of Minho, C-TAC Research Centre, Guimaraâes, Portugal*

Infrastructure rehabilitation represents a multitrillion dollar opportunity for the construction industry. Since the majority of the existent infrastructures are Portland cement concrete based this means that concrete infrastructure rehabilitation is a hot issue to be dealt with. Geopolymers are novel inorganic binders with high potential to replace Portland cement based ones. Geopolymerization is acomplex chemical process evolving various aluminosilicate oxides with silicates under highly alkaline conditions, yielding polymeric units, similar to those of an aluminosilicate glass. So far very few studies in the geopolymer field have addressed the rehabilitation of deteriorated concrete structures. This work discloses some results of an investigation concerning the development geopolymeric repair mortars based on a calcined Tunisian clay. The results show that Tunisian calcined clay based mortars have hydration products with typical geopolymeric phases. Results also show that the geopolymeric mortar shows a high unrestrained shrinkage behavior and that its modulus of elasticity is below the threshold required for this repair mortars.

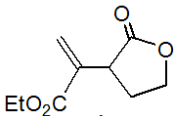
**Key words**: Concrete structures; repair mortars; geopolymers, Tunisian clay

# SYNTHESIS OF NEW HETEROCYCLIC SYSTEMS FROM FUNCTIONAL ACRYLIC DERIVATIVE

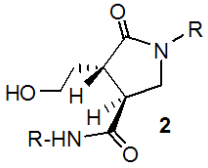
Sonia TAKTOUK and Hassen AMRI

*Laboratory of Selective Organic Synthesis and Biological Activity, Faculty of Science, El Manar University, 2092 Tunis, Tunisia.*
E-mail: hassen.amri@fst.rnu.tn / soniataktouk@gmail.com

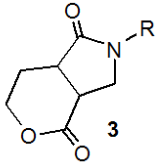
The development of new processes to obtain heterocyclic compounds is still an open challenge in organic synthesis. As a continuation of the research program into oxygen and nitrogen-based heterocycles carried out in our group [1,2], we describes, in this communication, the access to novel functionalized γ-lactams **2** and fused-bicyclic δ-lactone-γ-lactams **3**. The lactone ring **1** was elaborated from an addition of readily available triethyl phosphonoacetate to α-bromo-γ-butyrolactone under basic conditions in THF, followed by Wittig-Horner olefination of the generated phosphonate, conducted in heterogeneous liquid-liquid medium [3]. Thus, ethyl α-functionalized acrylate **1** revealed a great reactivity toward a variety of primary amines to afford two new families of *N*,1-dialkyl-4-(2-hydroxyethyl)-5-oxopyrrolidine-3-carboxamides **2** and fused bicyclic tetrahydropyrano[3,4-c] pyrrole-1,4(*2H,6H*)-dione **3**.



**1**



**2**



**3**

**Key words:** Acrylic compounds, primary amines, γ-lactams, δ-lactone-γ-lactams.

## References

[1] Samarat, A.; Landais, Y.; Amri, H. *Tetrahedron*, **2004**, *60*, 8949.
[2] Samarat, A.; Ben Kraïem, J.; Ben Ayed, T.; Amri, H. *Tetrahedron*, **2008**, *64*, 9540.
[3] Béji, F.; Taktouk, S.; Ben Kraïem, J.; AL-Deyab, S. S.; Amri, H. *J. Heterocyclic. Chem.* **2012** *(In press).*

# FROM YNAMIDES TOWARDS FUSED HETEROACENES FOR OPTOELECTRONICS

Imen TALBI[a], Brenhard WITULSKI[b] et Soufiane TOUIL[a]

[a)] *Laboratory of Heteroatom Organic Chemistry, Department of Chemistry, Faculty of Sciences of Bizerta, University of Carthage 7021 Jarzouna (Tunisia).*
[b)] *Laboratoire de Chimie Moléculaire et Thio-organique, UMR CNRS 6507, FR 3038, ENSICAEN et Université de Caen,6 boulevard de Maréchal Juin, 14050 Caen.*

The synthesis of organic semiconductors based on small molecules has gained attraction due to their applications for various electronic and optoelectronic devices. In particular, linearly fused acenes like pentacene found use in organic field-effective transistors (OFETs), organic light emitting diodes (OLEDs) and photovoltaic cells. Heteroacenes are another interesting class of compounds in this area because one of several heteroatoms embedded into π-conjugated molecular framework will allow tuning of HOMO-LOMO band-gabs, as well as absorption and emission properties. Furthermore, a set suitable heteroatoms might induce the self-assembly of small molecules (i.e. due to favourable S...S contacts, dipole interactions, hydrophobic interaction or π-stacking) in the solid state.

Recent efforts spotlight on acenes containing one kind of heteroatoms (mainly sulfur or nitrogen atoms), whereas the mixed heteroatom containing heteroacenes (N, O, S, P, etc.) would give an even broader handle to manipulate physical and material properties.

We report on this present work the development of synthetic strategies for the construction of new heteroacens on the basis of the chemistry of ynamides.

The cross-coupling of functionalised ynamides via Glaser or Cadiot-Chodkiewicz coupling produces 1,3-diynes **2** and **3** that will be used in thiophene **4** and **5** system syntheses . The latter will serve as a suitable platform for the construction of π-extended heteroacenes with different kinds of hetero-atoms. (figure 1)

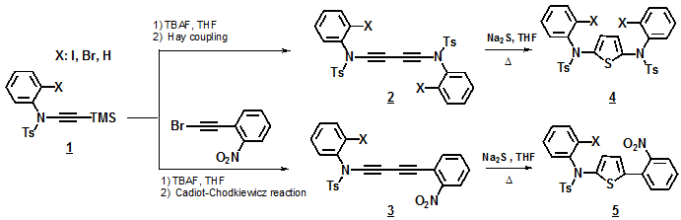



**figure 1**

The structures of compounds **2**, **3**, **4** and **5** obtained, were identified from their IR, $^{1}H$, $^{13}C$ NMR and mass spectrometry data.

**Key words:** 1,3-diynes , ynamide, 2-aminothiophene, heterocyclic.

## References

[1] Yamaguchi, S.; Xu, T.; Okamoto, T., *Pure Appl. Chem.* ***2006,*** *78,* 721-730.
[2] Witulski, B.; Stengel, T., *Angew. Chem. Int. Ed*. **1998**, *37*, 4, 489–492.

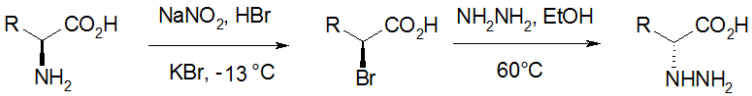
# Synthesis of chiral α-hydrazino acids from amino acids

Najeh Tka and Béchir Ben Hassine

*Laboratoire de Synthèse Organique Asymétrique et Catalyse Homogène (01 UR 1201)*
*Faculté des Sciences de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019, Monastir, Tunisie.*

Hydrazino acids show antiviral and antitumor activity and can serve as versatile synthon in heterocyclic synthesis. [1,2] Published preparations of α-hydrazino acids include the Hofmann rearrangement of hydantoic acids[3], the hydrogenation of diacyl hydrazino acid[4] and the asymmetric hydrogenation of N-acylhydrazones derived from α-keto acids [5].

The aim of the present communication is to describe an easy method for the synthesis of chiral α-hydrazino acids from amino acids. The amine moiety can be diazotized and converted to the α-bromoacids which are subsequently involved to the reaction of nucleophilic substitution with hydrazine hydrate at 60°C as described below. Chiral α-Hydrazino acids were isolated in good yields.




**a**: R = Me; **b**: R = i-Pr; **c**: R = i-Bu; **d**: R = *sec*-Bu; **e**: R = Bn.

**1.** de Luca, L., Falorni, M. *Tetrahedron Lett.*, 1999, 40, 8701–8704.
**2.** Oguz, U., McLaughlin, M. *Tetrahedron Lett*., 2002, 43, 2873–2875.
**3.** J. Viret, J. Gabard, A. Collet, *Tetrahedron.*, 1987, 43, 891–894.
**4.** L. A. Trimble, J. C. Vederas, *J. Am. Chem. Soc.* 1986, 108, 6397–6399.
**5.** M. J. Burk, J. E. Martinez, J. E. Feaster, N. Cosford, *Tetrahedron*, 1994, 50, 4399–4428.

# REMOVAL OF ORGANIC MOLECULES FROM WATER BY NATURAL SORBENTS

Mouna Touati Hadj Youssef [a], Mémia Benna Zayani [b], Mohamed Ben Amor [c]

*[a)] LabTEN, CERTE, Technopole Borj Cedria , toumouna@yahoo.fr*
*[b)] Chemistry Department, ISSTE, memiabenna@yahoo.fr*
*[c)] LabTEN, CERTE, Technopole Borj Cedria, mohamed.benamor@certe.rnrt.tn*

Pharmaceutical residues are the sources of several organic wastes that can contaminate ground water and cause consequently several healthy problems. Then, the purpose of this present paper is the removal of organic molecules present in water via natural sorbents. For this aim an example of antibiotic was studied, the Moxifloxacin frequently used for bacterial infections treatments. Several natural adsorbents were tested and then the most efficient was kept. The removal of the drug was conducted by a Tunisian Bentonite, a synthesized cellulose and l'Alfa.

The Na-Bentonite clay was characterized by XRD and IR spectroscopy. The important value of the Cation Exchange Capacity revealed the swelling character of this chosen clay.

The Alfa was ground and sieved, the infrared spectra obtained was compared to the cellulose one.

The kinetic adsorption of the Moxifloxacin by the different sorbents was followed; the Na-Bentonite has shown the best adsorbent yield.

The isoelectric pH (pHpzc) of the Na- Bentonite was determined. The change in pH during the adsorption was followed; equivalence was noted between the pH of the reaction and the pHpzc.

**Key words:** Natural supports, antibiotic drug, clay, sorption, pHpzc

# EFFECT OF THE BOILING POINT ON THE VISCOSITY ARRHENIUS TEMPERATURE FOR SOME PURE LIQUID SOLVENTS.

Z. Trabelsi[a], H. Salhi[a], M. Hichri[b], D. Das[c], A.A. Al-Arfaj[d], N. Ouerfelli[a,d].

*[a)] Université de Tunis El Manar, Laboratoire Biophysique et de Technologies Médicales LR13ES04, Institut Supérieur des Technologies Médicales de Tunis, 9 Avenue Dr. Zouhaier Essafi 1006 Tunis, Tunisie.;*
*[b)] Université de Tunis El Manar, Faculté des Sciences de Tunis, LR01SE10, Laboratoire de Thermodynamique Appliquée, Département de Chimie, 2092 Tunis, Tunisie.*
*[c)] Department of Chemistry, Dinhata College, North Bengal* **University,** *Dinhata-736135, Cooch-Behar, West Bengal, India.;*
*[d)] University of Dammam, Department of Chemistry, College of Science, P.O. Box 1982, Dammam 31441, Saudi Arabia.;*

Excess properties calculated from literature values of experimental density and viscosity in some binary mixtures at different temperatures can lead us to test different correlation equations as well as their corresponding relative functions. Inspection of the Arrhenius activation energy *Ea* and the enthalpy of activation of viscous flow $\Delta H^*$ shows very close values, here we can define partial molar activation energy $Ea_1$ and $Ea_2$ for pure components along with their individual contribution separately. Correlation between the two Arrhenius parameters of viscosity in all compositions shows existence of main distinct behaviors separated by particular mole fractions [1,2].

In addition, we add that correlation between Arrhenius parameters reveals interesting Arrhenius temperature which is closely related to the vaporization temperature in the liquid vapor equilibrium and the limiting corresponding partial molar properties can permit us to estimate the boiling points of the pure components. In conclusion, we can ascertain that with more mathematical handlings, we will be able to reveal some physical significances of the viscosity Arrhenius parameters and it definitely develops as well as improves the thermodynamic theories and also to predict some information on liquid-vapor diagram through the study of the viscosity versus temperature and molar fraction only in the liquid phase of binary mixture.

We can add that an additional study on the eventual relationship between the Arrhenius temperature and the properties of great number binary mixtures can prove how the method predicts the properties of other non treated fluid mixtures.

**Key words:** viscosity, Arrhenius temperature, boiling point, pure liquid.

---

**References**

[1] Hichri M, Das D, Messaâdi A, Bel Hadj Hmida ES, Ouerfelli N, Khattech I. Phys. Chem. Liq. 2013;51:721–730.
[2] Dallel M, Das D, Bel Hadj Hmida ES, Al-Omair NA, Al-Arfaj AA, Ouerfelli N. Phys. Chem. Liq. 2014;52: 442–451.

# PHENOL PHOTOCATALYTIC DEGRADATION OVER ANISOTROPIC $TiO_2$ NANOMATERIALS: KINETIC STUDY, ADSORPTION ISOTHERMS AND FORMAL MECHANISMS

Asma Turki[a,b], Chantal Guillard[c], Frédéric Dappozze[c], Zouhaier Ksibi[a], Gilles Berhault[c], Hafedh Kochkar[a,d]

*[a)]Université de Tunis El Manar, Faculté des Sciences de Tunis, Laboratoire de Chimie des Matériaux et Catalyse, 2092, Tunis, Tunisie.*
*[b)] Institut Supérieur de Biotechnologie Sidi Thabet, ISBST, Pole Technologique de Sidi Thabet, 2020, Sidi Thabet, Tunisie.*
*[c)]Institut de Recherches sur la Catalyse et l'Environnement, IRCELYON, CNRS – University of Lyon, Villeurbanne, 69100, France.*
*[d)]Laboratoire de Valorisation des Matériaux Utiles, Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux (CNRSM), Technopôle Borj-Cédria, 8027 Soliman, Tunisie.*

Anisotropic $TiO_2$ nanomaterials (nanotubes, nanorods, nanoplates, nanospheres, and nanoparticles) with controlled structural and textural properties [1,2] have been evaluated in the photocatalytic degradation of phenol under UV conditions. The kinetic study of phenol adsorption fits well to a quasi-second-order model whereas the adsorption isotherms of phenol over the different $TiO_2$ nanomaterials follow the Langmuir model and the degradation kinetics the Langmuir-Hinshelwood (L-H) model. $TiO_2$ nanomaterials exposing (001) or (101) anatase facets are less active than $TiO_2$ P25 for the phenol degradation. This is related to their tendency to degrade faster intermediates products (organic acids) rather than phenol itself. A good compromise between anatase crystallinity, crystallites sizes, and specific surface area can however improve the photocatalytic activity of the $TiO_2$ nanomaterials. Results also showed that the degradation mechanism follows pseudo-first order kinetics. Pseudo-rate constants were therefore determined and formal mechanism schemes proposed.

**Key words:** Photocatalytic degradation, $TiO_2$ nanomaterials, adsorption isotherms, Kinetics, Formal mechanisms.

**References**

[1] A. Turki, H. Kochkar, I. García-Fernández, M.I. Polo-López, A. Ghorbel, C. Guillard, G. Berhault, P. Fernández-Ibáñez, Catal. Today 209 (2013) 147-152.
[2] A. Turki, F. Dappozze, C. Guillard, G. Berhault, Z. Ksibi, H. Kochkar, J. Photochem. Photobiol. A : Chem. 279 (2014) 8-16.

# EFFECT OF TEMPERATURE AND HOLDING TIME ON $Ti_3SiC_2$ FORMATION FROM Ti/SiC POWDERS MIXTURE BY SPARK PLASMA SINTERING

Faten Turki[a], Houyem Abderrazak[a], Fréderic Schoenstein[b], Mohieddine Abdellaoui[a], Noureddine Jouini[b].

*a) Laboratoire des Matériaux Utiles, Institut National de Recherche et d'Analyse Physico-chimique, Pôle Technologique de Sidi Thabet 2020, Tunisie.*
*b) Laboratoire de Sciences des Procédés et Matériaux, Institut Galilée, Université Paris XIII, 99 Avenue J.B. Clément, 93430 Villetaneuse, France*

Spark plasma sintering (SPS) technique was utilized to synthesize $Ti_3SiC_2$ from Ti/SiC powders mixture in a temperature range of 1300-1400 °C. X-ray diffraction (XRD) and field emission gun scanning electron microscope (FEG-SEM) were employed to characterize the existing phases. The obtained results showed that $Ti_3SiC_2$ with high purity could not be obtained at relatively low sintering temperature for a short time. The optimum sintering temperature for $Ti_3SiC_2$ synthesis was found to be 1400 °C regardless of the holding time used. While increasing the holding time from 10 to 20 min, the relative density was higher than 99% and the microhardness of the corresponding bulk material was 4.9 ± 0.3 GPa.

**Key words:** $Ti_3SiC_2$, Spark plasma sintering technique, Optimum conditions, Density, Microhardness.

# SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF HYBRID COMPOUNDS HYDROXYAPATITE-POLYACRYLIC ACID

Thouraya Turki, Mokhtar Ferid

*Laboratoire de Physici-Chimie des Matériaux Minéraux et Leurs Applications*
*Centre National de Recherches en Sciences des Matériaux,*
*Technopole Borj Cedria BP 378020 Soliman, Tunisie*
E-mail : tourkithouraya@yahoo.fr/turkithouraya@gmail.com

Text Hydroxyapatites were prepared by the direct synthesis in aqueous solution, in the presence of different amounts of polyacrylic acid. XRD, IR, AFM and chemical analysis were used to investigate the structure, morphology and composition of the obtained products. The XRD patterns show the conservation of the apatitic structure and only a slight decrease in the crystallinity of the powder was observed. Other than the apatitic bands, IR spectra of hydroxyapatites synthesis in presence of polyacrylic acid exhibited news absorption bands characteristic of acid groups. The intensities of these bands increased with increasing grafted acid amounts. These results are confirmed by chemical analysis. In fact, firstly, the Ca/P molar ratio values of the obtained products were close to the theoretical value 1.667. Secondly, the determined carbon amounts increase with the increase of the polyacrylic acid concentration in the starting solutions. In the absence of mineral carbonate in the apatite structure, this determined carbon amounts can only result from the polyacrylic acid fixed on the particle apatite's surface.

The overall results suggest that the grafting of the polyacrylic acid was madefollowing a reaction between the carboxyl group and the hydroxyl groups of the metallic sites (Ca-OH) of the apatite surface. A mechanism of surface modification will be proposed based on the obtained results.

**Key words:** Hydroxyapatite, polyacrylic acid, hybrid

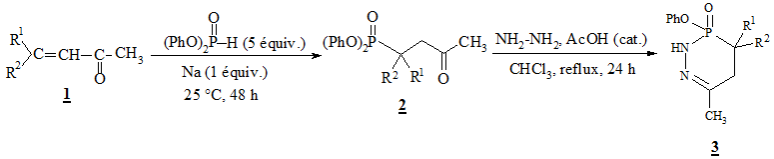
# ACTION DE L'HYDRAZINE SUR LES DIPHENYL-γ-CETOPHOSPHONATES: SYNTHESE DE NOUVEAUX DERIVES DE LA 1,2,3-DIAZAPHOSPHORINE

Aymen WAHBI et Soufiane TOUIL

*Laboratoire de Chimie Organique des Hétéroéléments, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Bizerte, 7021 Zarzouna (Tunisie).*

Les diazaphosphorines ont depuis longtemps intéressé les chercheurs pour leurs applications comme agents antimicrobiens[1], antiviraux[2] et antitumoraux[3,4]. Nous nous proposons, dans ce travail, d'accéder dans un premier temps à une nouvelle classe de cétones γ-phosphonatées comportant deux groupements phénoxy amovibles sur l'atome de phosphore et de montrer, dans un deuxième temps, que de tels composés peuvent être des synthons particulièrement utiles pour la synthèse de nouveaux dérivés de la 1,2,3-diazaphosphorine.

Ainsi, l'action d'un excès de diphénylphosphite (5 équivalents) sur les cétones α,β-insaturées **1**, en présence d'un équivalent de sodium, conduit à une nouvelle classe de cétones γ-phosphonatées, en l'occurrence les diphényl-γ-cétophosphonates **2**, comportant deux groupements phénoxy amovibles sur l'atome de phosphore. La réaction de ces derniers avec l'hydrazine réalisée sous reflux de chloroforme, en présence d'une quantité catalytique d'acide acétique, pendant 24 heures, nous a permis d'accéder aux 1,2,3-diazaphosphorines **3**, avec un rendement de l'ordre de 70% (Schéma 1).




**Schema 1**

**Mots clés:** diphényl-γ-cétophosphonates, hydrazine, 1,2,3-diazaphosphorines.

## Références

[1] Madhuritha, A. S.; Kumar, B. A.; Parthasarathy, T.; Uma, V.; *Cent. Eur. J. Chem.*, **2004**, *2*, 696.
[2] Nilov, D. B.; Solov'eva, N. P.; Nikolaeva, I. S.; Peters, V.V.; Krylova, L. Yu.; Gus'kova, T. A.; Granik, V.G.; *Pharm. Chem. J.*, **1998**, *32*, 358.
[3] Billman, J. H.; Meisenheimer, J. L.; May, R. F.; *J. Med. Chem.*, **1966**, *9*, 772.
[4] Billman, J. H.; May, R.F.; *J. Med. Chem.*, **1967**, *10*, 486.

# SYNTHESE ET ETUDE STRUCTURALE D'UN NOUVEAU ORTHOPERIODATE DE PIPERAZINIUM

Intissar WECHERINE[a], Wajda SMIRANI STA[a], Mohamed RZAIGUI[a]

*[a)] Laboratoire de chimie des matériaux Faculté des sciences de Bizerte 7021 zarzouna- Bizerte Tunisie (a)*

Les orthoperiodates de cations organiques n'ont pas été étudiés jusqu'à présent. Cependant, des résultats significatifs peuvent être prévus lors la recherche dans ce domaine vu que l'ion orthoperiodate est un ligand très flexible. Nous rapportons dans cette communication la synthèse, l'étude structurale et pysico-chimique du premier orthoperiodate de cation organique de formule $(C_4H_{12}N_2)(H_4IO_6).2H_2O$. L'étude par diffraction des rayon X sur monocristal, montre que ce composé cristallise dans une maille monoclinique et un groupe d'espace $P2_1/c$, avec les paramètre des maille suivants: a = 7,551(2) Å, b = 6,694(3) Å, c = 14,783(2) Å, β = 97,61(2) °, V = 770,6(4) $Å^3$ et Z = 2. L'examen de la geométrie de la partie anionique et de la topologie du réseau de liaison hydrogène de la structure, montre que les anions orthoperiodates $(H_4IO_6)^-$ sont liés par des liaisons hydrogène de types O(I)-H…O pour former des couches minérales. La connexion de ces dernières à travers les molécules d'eau montre la formation des pores inter-couches $R_2^4(8)$ et $R_2^6(14)$ (Fig. I). Par ailleurs, les cations organiques viennent loger les pores $R_2^6(14)$ pour occuper l'espace intercouches (Fig.I) via des liaisons hydrogène N-H…O assurant la cohésion du réseau cristallin et la stabilité du composé. En plus de l'étude structurale nous avons caractérisé ce composé par spectroscopie IR, spectrophotométrie UV, analyse thermique et la spectroscopie RMN du carbone 13 à l'état solide.

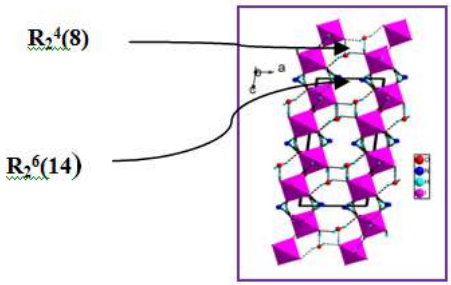



**Fig. I:** projection selon la direction b de la structure $(C_4H_{12}N_2)(H_4IO_6).2H_2O$ ( les atomes de carbone ont été omis pour la clareté de la figure)

**Mots clés:** orthoperiodate, étude structurale, IR, UV, RMN $^{13}C$.

# Study of the composition and fractionation of olive oil of different varieties

Marwa Yahyaoui[a], Manef Abdrabba[a]

[a)] *Laboratory Materials Molecules and Application (L.M.M.A), Institute Preparatory of Scientific and Technical studies (IPEST), 2070, Marsa, Tunisia.*
marwayahyaoui@hotmail.fr

The unsaturated fatty acids present in olive oil, such as oleic acid (C18:1), Linolenique acid (C18:3) and linoleic acid (C18:2) are considered good fats. They have a good influence in the cardiovascular function, the treatment of blood sugar in diabetics and the reduction of inflammatory activity such as asthma and Crohn's disease.

Saturated fatty acids that are present in olive and mainly the Palmitic acid (C16:0) tend to promote cholesterol deposits in the arteries and increase the risk of cardiovascular disease. [1].

This work focuses on the evaluation of the content of fatty acids in olive oils of different varieties and the study of effect of geographical and climatic variability on the composition of different oils. One tentative of fractionation of olive oils of some different local varieties (Chemchali, Chétoui, Gérbaoui, Sayali, Oueslati) and a Spanish variety (Arbequina) is also described.

**Key words:** Unsaturated fatty acids, Oleic acid, saturated fatty acids, Palmitic acid, Fractionation.

## References

[1] Eurosciences Communication en collaboration avec l'institut de Recherche sur l'Arthériosclérose, Univérsité de Munster, Allmagne, L'huile d'olive dans la prévention des pathologies coronariennes et des facteurs de risque cardiovasculaire.

# ETUDE DU COMPORTEMENT ELECTROCHIMIQUE DU DICLOFOP METHYLE PAR VOLTAMETRIE CYCLIQUE

A. ZAOUAK[a], F. MATOUSSI [b], M. DACHRAOUI [a]

*a) Laboratoire de Chimie Analytique et Électrochimie, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, 2092 Tunis El Manar, Tunisie.*
*b) Département de Chimie et de Biologie Appliquées, Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie, B.P. N°676, 1080 Tunis Cedex, Tunisie.*

L'objectif de ce travail est l'étude du comportement électrochimique du Diclofop méthyle, un herbicide appartenant à la famille des aryloxy-propioniques, dont les propriétés électrochimiques sont peu connues. L'étude a été réalisée par voltammetrie cyclique et par électrolyse préparative en milieu organique. Les résultats obtenus ont permis d'une part de mettre en évidence le caractère électroactif du Diclofop méthyle et d'autre part d'éclaircir les différents aspects du processus d'oxydation anodique. De plus, l'étude de l'influence de la concentration, de la vitesse de balayage et de l'ajout de l'eau nous a permis de caractériser les premières étapes du mécanisme réactionnel mis en jeu. Les résultats obtenus montrent qu'en milieu anhydre l'oxydation du diclofop méthyle conduit à un radical cation stable à l'échelle des temps de la voltamétrie cyclique. Tandis qu'en présence d'eau en faible quantité (de l'ordre de 1%) le radical cation est attaqué par l'eau pour aboutir à un mécanisme ECE. Une étude cinétique détaillée réalisée sur le DM a permis d'estimer la constante de vitesse apparente de cette réaction.

Les produits générés par électrolyse préparative du diclofop-méthyle à potentiel imposé, ont été identifiés par chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse, nous ont permis de proposer un schéma mécanistique de l'oxydation de cet herbicide.

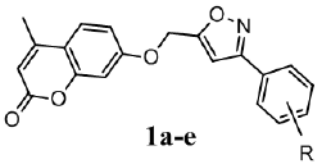
**Mots clés** : diclofop méthyle, voltamétrie cyclique , herbicide

# Synthesis and biological activities of new Coumarin derivatives bearing isoxazoles and isoxazolines

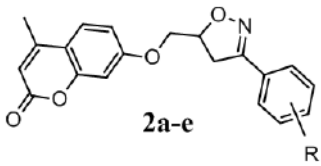
Marwa Zayane*, Anis Romdhane and Hichem Ben Jannet

*Laboratoire de Chimie Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivité, Equipe : Chimie Médicinale et Produits Naturels, Faculté des Sciences de Monastir, Université de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019, Monastir, Tunisie*
* marwa.zayane@yahoo.com

Coumarins and their derivatives are important compounds due to their presence in naturally occurring products and their wide-range applications in agrochemicals, drugs and pharmaceuticals [1-3]. In this study, a series of novel coumarin isoxazole (**1a-e**) and coumarin isoxazoline (**2a-e**) derivatives were prepared via 1,3-dipolar cycloaddition reaction with various arylnitrile oxides. Structures of these compounds were established by spectroscopic means ($^1$H NMR, $^{13}$C NMR and ES-HRMS). All the synthesized heterocycles were evaluated for their in vitro anticoagulant activity. The obtained results are discussed.




**1a-e**




**2a-e**

**Keywords:** 4-methylumbelliferone, coumarin cycloadducts, arylnitrile oxides, anticoagulant activity.

**References**

[1] Modranka, J. N.; Nawrot, E.; Graczyk, J. Eur. J. Med. Chem. 2006, 41, 1301.
[2] Karali, N.; Kocabalkanli, A.; Gursoy, A.; Ates, O. Farmaco 2002, 57, 589.
[3] Cacic, M.; Trkovnik, M.; Cacic, F.; Schon, E. H. Molecules 2006, 11, 134.

# Isolation of secondary metabolites from *Ferula lutea* and evaluation of their antioxidant, anti-inflammatory and cytotoxic properties

Mansour Znati[a,b*], Hichem Ben Jannet[a], Sylvie Cazaux[b] and Jalloul Bouajila[b]

[a]*Laboratoire de Chimie Hétérocyclique, Produits Naturels et Réactivité (CHPNR), Equipe : Chimie Médicinale et Produits Naturels, Département de Chimie, Faculté des Sciences de Monastir, Université de Monastir, Avenue de l'Environnement, 5019 Monastir Tunisie.*
[b]*Université de Toulouse, Faculté de pharmacie de Toulouse, Laboratoire des Interactions Moléculaires et Réactivité Chimique et Photochimique UMR CNRS 5623, Université Paul-Sabatier, 118 route de Narbonne, F-31062 Toulouse, France.*
*znatimansour@yahoo.fr

Plants still represent a large source of structurally novel compounds that might serve as leads for the development of novel drugs, nutraceuticals and functional foods. The genus *Ferula* that belongs to the *Apiaceae* family gathers 170 species [1], mostly growing in arid regions of temperate Eurasia, in the Canary Islands and in North Africa. *Ferula lutea* counts as one of the four species growing in Tunisia [2]. In folk medicine *F. lutea* used to treat infertility of women, intestinal disorders and carminative. In order to look for new natural bioactive metabolites in this plant, it seemed to us interesting to study the ethyl acetate extracts of its flowers not previously investigated. The chromatographic separations made led to the isolation of seven pure products. The structures was established by means of spectroscopy methods (IR, 1D-NMR ($^{1}$H-$^{13}$C), 2D (COSY, HSQC, HMBC and NOESY)) and HRDCIMS. The *in vitro* antioxidant (DPPH and ABTS), cytotoxic (HCT-116, IGROV-1 and OVCAR-3) and anti-inflammatory activities of the isolates were studied and interesting results were obtained.

**Key words:** *Ferula lutea*, coumarins, phenolics, antioxidant, anti-inflammatory and cytotoxic

**References**

[1] Downie SR, Watson MF, Spalik K, Katz-Downie DS. (2000), *Canadian Journal of Botany*, *78*, 506-528.
[2] Alapetite GP. (1979) Flora of Tunisia, Tunisian Scientific publications, Official Printing works of the Republic of Tunisia, Tunisia, 607-609.

# Participants' List

| Nr. | Last Name | First Name | Institution | Email | Ref |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | ABDELHAK | Jawher | FST - Tunis | jawher.abdelhak@ipein.rnu.tn | OC30B |
| 2 | ABDELHEDI | Imen | FST - Tunis | abdelhedimen@gmail.com | OC18C |
| 3 | ABDELHEDI | Mohamed | FSS - Sfax | m_abdelhedi2002@yahoo.fr | PC01 |
| 4 | ABDELKAFI | Med Mouldi | SCT / FST - Tunis | abdelkafi.mouldi@planet.tn | |
| 5 | ABDENNEBI | Narjes | ENIG - Gabès | abdennebin@yahoo.fr | PC02 |
| 6 | ABID | Imen | FSS - Sfax | abid_imen92@yahoo.fr | OC06A |
| 7 | ABID | Marwa | FSS - Sfax | marwa_abid89@yahoo.fr | PC03 |
| 8 | ABID | Nihel | FSS - Sfax | abidnihel@yahoo.fr | OC44A |
| 9 | ABID | Souhir | FSS - Sfax | abidsouhir@yahoo.fr | |
| 10 | ABIDI | Ahlem | FST - Tunis | labidiahlem@hotmail.fr | PC04 |
| 11 | ABIDI | Marwa | ENSIT - Montfleury | marwa_abid89@yahoo.fr | PC05 |
| 12 | ACHOUR | Sofiene | FST - Tunis | achour.sofiene@gmail.com | PC06 |
| 13 | ADDOUN | Abdelhamid | USTHB University - Algeria | addboudz@yahoo.fr | PC07 |
| 14 | ADDOUN | Fatima | University of Bab Ezzouar - Algeria | bel_meriem@yahoo.fr | PC08 |
| 15 | AJALA | Faten | FSS - Sfax | faten.ajala@yahoo.fr | OC17B |
| 16 | ALOUANI | Khaled | FST - Tunis | khaled.alouani@fst.rnu.tn | |
| 17 | ALOUI | Faouzi | FSM - Monastir | aloui.faouzi@laposte.net | OC15A PC09 |
| 18 | ALOUI | Latifa | FSS - Sfax | aloui_latifa@yahoo.fr | OC16C |
| 19 | ALOUI | Marwa | FST - Tunis | a.mriwa18@gmail.com | OC26B |
| 20 | AMARA | Mourad | USTHB University - Algeria | mamara@usthb.dz | PC10 |
| 21 | AMARA | Zacharias | University of Nottingham - England | Zacharias.Amara@nottingham.ac.uk | OC01A |
| 22 | AMEUR | Maha | FST - Tunis | maha.ameur@gmail.com | PC11 |
| 23 | AMMAR | Houcine | FSS - Sfax | houcine_fss@yahoo.fr | |
| 24 | ANNABI | Cyrine | INSAT - Tunis | cyrina135@hotmail.com | OC42C |
| 25 | AOUADI | Hadir | FST - Tunis | hadiraouadi8@gmail.com | OC43B |
| 26 | AOUADI | Imen | FST - Tunis | aouadi.imen1@gmail.com | PC12 |
| 27 | AOUADI | Kaïss | FSM - Monastir | kaiss_aouadi@yahoo.com | OC19A PC13 |
| 28 | AOUANI | Iyadh | FSB - Bizerte | aouani_iyadh@yahoo.fr | PC14 |
| 29 | ARFAOUI | Lobna | INRAP - Sidi Thabet | arfaoui.lobna@gmail.com | PC15 |
| 30 | ASKRI | Moheddine | FSM - Monastir | moheddine.askri@fsm.rnu.tn | |

| Nr. | Last Name | First Name | Institution | Email | Ref |
|---|---|---|---|---|---|
| 31 | ASSILI | Kawther | FST - Tunis | assoulakawther@gmail.com | PC16 |
| 32 | ATTIA | Sameh | CNRSM - Borj Cédria | attiasameh@gmail.com | PC17 |
| 33 | AYADI | Mariem | ENIT - Tunis | ayadimariem15@yahoo.fr | PC18 |
| 34 | AYADI-KHARRAT | Marwa | FST - Tunis | marwa_ayadi_kharrat@yahoo.fr | PC19 |
| 35 | AYARI | Marwa | INRAP - Sidi Thabet | marwaayari28@yahoo.fr | PC20 |
| 36 | AYDI | Leila | FSS - Sfax | aidi.leila@yahoo.fr | PC21 |
| 37 | AYED | Salwa | FSM - Monastir | ayed_salwa@yahoo.fr | OC47B |
| 38 | AZABOU | Meriem | FSS - Sfax | | |
| 39 | AZAZA | Hanen | CERTE - Borj Cédria | azaza.hanen@yahoo.fr | PC22 |
| 40 | BACCARI | Zayed | FST - Tunis | baccari.zayed10@gmail.com | OC28A |
| 41 | BAHRI | Leila | FST - Tunis | leia.bahri8@gmail.com | OC27A |
| 42 | BAIOUI | Narjes | FST - Tunis | n.baioui@yahoo.fr | PC23 |
| 43 | BALTI | Monaem | FSB - Bizerte | baltimoneem@gmail.com | PC24 |
| 44 | BARBOUCHI-GUEDHAMI | Sonia | Petroleum Services Department - CRDP/ETAP | sonia.barbouchi@etap.com.tn | PC25 |
| 45 | BARGAOUI | Latifa | INSAT - Tunis | latifa.bergaoui@insat.rnu.tn | |
| 46 | BARRAK | Haythem | CNRSM - Borj Cédria | barrak.haythem@gmail.com | PC26 |
| 47 | BECHAMBI | Olfa | FST - Tunis | bechambi.olfa@gmail.com | OC49C PC27 |
| 48 | BEJAOUI | Anis | CNRSM - Borj Cédria | bejaoui-anis@hotmail.fr | PC28 |
| 49 | BELADHRIA | Anissa | FSS - Sfax | anissabeladhria@yahoo.fr | OC02A |
| 50 | BELARBI | Eya | FST - Tunis | belarbi.eya@gmail.com | OC24B |
| 51 | BELHADJ AMMAR | Hafedh | ENIS - Sfax | | PC29 |
| 52 | BELHAJ | Mohamed Anis | ETAP | anisbenhaj@yahoo.fr | PC30 |
| 53 | BELHASSEN | Ramzi | FSS - Sfax | belhqssen.ramzi@yahoo.fr | OC25C |
| 54 | BELHOUCHET | Mohamed | FSS - Sfax | belhouchet2002@yahoo.fr | |
| 55 | BELKHIRIA | Marwa | FSM - Monastir | belkhiriamarwa@yahoo.fr | PC31 |
| 56 | BELLAKHAL | Nizar | SCT / INSAT - Tunis | nizar_bellakhal@yahoo.fr | |
| 57 | BEN AHMED | Oumayma | FST - Tunis | Mayma2909@gmail.com | OC26A |
| 58 | BEN AKACHA | Azaiez | FST - Tunis | azaiezbenakacha@yahoo.fr | |
| 59 | BEN AMMAR | Nour Elhouda | CNRSM - Borj Cédria | nourelhouda.benammar@gmail.com | OC30C |

| Nr. | Last Name | First Name | Institution | Email | Ref |
|---|---|---|---|---|---|
| 60 | BEN AYED | Kawther | FSS - Sfax | benayed_kawther@yahoo.fr | OC07A |
| 61 | BEN AYED | Taïcir | SCT / INSAT - Tunis | taicir.benayed@insat.rnu.tn | |
| 62 | BEN AZZEDDINE | Chams | FST - Tunis | chams.b@live.fr | OC37A |
| 63 | BEN BRAHIM | Mabrouk | ENIS - Sfax | | PC32 |
| 64 | BEN BRAIEK | Mourad | FSM - Monastir | mourad.benbraiek@gmail.com | OC38A PC33 |
| 65 | BEN CHEIKH | Salma | ENIT - Tunis | bencheikhsalma010@gmail.com | PC34 |
| 66 | BEN GAIED | Lilia | FST - Tunis | bensaidlilia@yahoo.fr | PC35 |
| 67 | BEN GARA | Mariam | FSS - Sfax | myriambengara@gmail.com | OC20C |
| 68 | BEN HAMDENE | Mabrouk | FSS - Sfax | benhamdenemabrouk@yahoo.fr | |
| 69 | BEN HAMOUDA | Sofiane | CERTE - Borj Cédria | sofianebenhamouda@yahoo.fr | PC36 PC37 |
| 70 | BEN HASSINE | Béchir | SCT / FSM - Monastir | bechirbenhassine@yahoo.fr | |
| 71 | BEN ISSA | Takoua | ESST - Hammam Sousse | benissatakoua@gmail.com | PC38 |
| 72 | BEN JRAD | Monia | FST - Tunis | mbenjrad@hotmail.fr | PC39 |
| 73 | BEN MEFTEH | Wahid | INRAP - Sidi Thabet | wahid_meftah@yahoo.fr | PC40 |
| 74 | BEN REJEB | Raouf | ENIG - Gabès | | PC41 |
| 75 | BEN RHAIEM | Tarek | FST - Tunis | tarekbenrhaiem@hotmail.fr | PC42 |
| 76 | BEN ROMDHANE | Hatem | SCT / FST - Tunis | hatem.benromdhane@fst.rnu.tn | |
| 77 | BEN SAAD | Latifa | IPEIT - Tunis | latifabensaad23@hotmail.fr | OC48C |
| 78 | BEN SAID | Imen | FSB - Bizerte | imenbensaid32@yahoo.fr | OC15B |
| 79 | BEN SALAH | Nizar | FSM - Monastir | bensalahnizar41@yahoo.fr | OC02C PC43 |
| 80 | BEN SALAH | Saida | FSM - Monastir | saidabensalah625@gmail.com | OC47A PC44 |
| 81 | BEN SALEM | Ridha | SCT / FSS - Sfax | ridha.bensalem@voila.fr | Conf4 |
| 82 | BEN SGHAIER | Asma | FST - Tunis | souma-souma1@hotmail.fr | PC45 |
| 83 | BEN SIK ALI | Mourad | IPEIN - Nabeul | mourad.bensikali@gmail.com | PC46 |
| 84 | BEN TAHAR | Fayçal | FSS - Sfax | f_bentahar@yahoo.fr | PC47 |
| 85 | BEN TRAD | Rawia | FST - Tunis | rawia.bentrad@gmail.com | PC48 |
| 86 | BEN ZID | Takwa | FST - Tunis | benzidtakwa@gmail.com | PC49 |
| 87 | BENMOUSSA | Hasnia | ENIG - Gabès | b.benmoussahasnia88@yahoo. fr | OC07C PC50 |
| 88 | BLILI | Saber | FSM - Monastir | bellilisaber@hotmail.fr | OC49A PC51 |
| 89 | BOKRI | Khouloud | FST - Tunis | khouloud.bokri@gmail.com | OC11A |

| Nr. | Last Name | First Name | Institution | Email | Ref |
|---|---|---|---|---|---|
| 90 | BOUACIDA | Saoussen | ESIAT - Tunis | bouacidasaoussen1405@hotmail.fr | OC01C PC52 |
| 91 | BOUANANI | Soumaya | FST - Tunis | soumayabouanani10@gmail.com | PC53 |
| 92 | BOUAOUN | Ichraf | CNRSM - Borj Cédria | ichrafbouaoun@yahoo.fr | OC10B PC54 |
| 93 | BOUATTOUR | Ali | FSS - Sfax | ali_bouattour@yahoo.fr | OC08A |
| 94 | BOUAZIZ | Amira | ENIS - Sfax | amirabouaziz2@gmail.com | OC21C |
| 95 | BOUBAKER | Maroua | ESIAT - Tunis | boubaker.marwa@gmail.com | OC03C |
| 96 | BOUBAKER | Taoufik | FSM - Monastir | boubaker_taoufik@yahoo.fr | |
| 97 | BOUBAKRI | Ali | CERTE - Borj Cédria | boubakri_ali@yahoo.fr | OC47C |
| 98 | BOUCHMILA | Imen | INRAP - Sidi Thabet | bouchmila.imen.ic@gmail.com | PC55 |
| 99 | BOUFAIED | Abir | ENIG - Gabès | | PC56 |
| 100 | BOUGHALMI | Arem | CNRSM - Borj Cédria | boughalminawel@gmail.com | OC46C |
| 101 | BOUGHANMI | Sonia | FST - Tunis | ingenieursonia@gmail.com | PC57 |
| 102 | BOUGHZALA | Habib | IPEIN - Nabeul | habib.boughzala@ipein.rnu.tn | |
| 103 | BOUHALLEB | Ghalia | FST - Tunis | ghaliabhbh@hotmail.com | PC58 |
| 104 | BOUKARI | Manel | ENSIT - ESSTT - Montfleury | manuela.1987@outlook.fr | OC25A |
| 105 | BOUKATTAYA | Fatma | FSS - Sfax | boukettayafatma@yahoo.fr | PC59 |
| 106 | BOUMAKHLA | Abdessalem | FST - Tunis | boumakhla.2013@gmail.com | PC60 |
| 107 | BOUZAZI | Khalil | FST - Tunis | khalilbouzazi@gmail.com | PC61 |
| 108 | BOUZOUITA | Nabiha | ESIAT - Tunis | bouzouita.nabiha@gmail.com | |
| 109 | BRAHIM | Khemaïs | FST - Tunis | brahimkhemaies@gmail.com | |
| 110 | BRAHMI | Faten | FSB - Bizerte | | PC62 |
| 111 | BRAHMI | Jihed | FSM - Monastir | jihedbrahmi85@live.fr | OC20A PC63 |
| 112 | BRAHMI | Khaled | FST - Tunis | khaled.brahmii@gmail.com | OC43C PC64 |
| 113 | BRICHNI | Amal | Technopole Borj Cédria | amal.brichni@gmail.com | PC65 |
| 114 | CHAABENE | Najet | INRAP - Sidi Thabet | najet.chaabene@gmail.com | PC66 |
| 115 | CHAABOUNI | Mohamed Moncef | SCT / ESIAT - Tunis | medmoncef50@gmail.com | |
| 116 | CHAABOUNI | Slim | FSS - Sfax | slim.chaabouni@itav.fr | PC67 |
| 117 | CHAHDOURA | Faouzi | University of Paul Sabatier, Toulouse - France | chahdourafaouzi@gmail.com | PC68 |
| 118 | CHAKER | Achraf | FSS - Sfax | achraf.chaker@hotmail.fr | PC69 |

| Nr. | Last Name | First Name | Institution | Email | Ref |
|---|---|---|---|---|---|
| 119 | CHAKER | Aida | FSS - Sfax | chaker.aida@hotmail.fr | OC31A |
| 120 | CHAKER | Manel | FSM - Monastir | manel872006@hotmail.com | OC07B |
| 121 | CHAKHARI | Samir | FST - Tunis | samir.chakhari@gmail.com | PC70 |
| 122 | CHAOUACHI | Béchir | ENIG - Gabès | | |
| 123 | CHAOUCH | Mohamed Aymen | FSM - Monastir | Mohamed_Aymen_Chaouch@yahoo.fr | OC11C PC71 |
| 124 | CHASSAING | Stefan | ITASV - Toulouse, France | stefan.chassaing@itav.fr | Conf2 |
| 125 | CHEHIDI | Ikram | FST - Tunis | ichehidi@yahoo.com | |
| 126 | CHEKIR-MZALI | Jalila | CNRSM - Borj Cédria | jalila.chekir@yahoo.fr | PC72 |
| 127 | CHEMINGUI | Mahmoud | FSS - Sfax | chmingui_mahmoud@yahoo.fr | PC73 |
| 128 | CHEMINGUI | Sondes | FST - Tunis | chminguisondes@yahoo.fr | OC06B |
| 129 | CHERIF | Amal | FSS - Sfax | amal.cherif@hotmail.fr | OC25B PC74 |
| 130 | CHERIF | Oussama | FSS - Sfax | oussamacherif01@yahoo.com | OC30A |
| 131 | CHIHI | Houda | FST - Tunis | chihihouda@gmail.com | OC42B |
| 132 | CHMANGUI | Anis | FSB - Bizerte | anis.chmangui@gmail.com | PC75 |
| 133 | CHNITI | Ines | FST - Tunis | ines.chniti@yahoo.com | OC04A |
| 134 | CHOUAIB | Karim | FSM - Monastir | karimchouaib1@hotmail.fr | OC05A PC76 |
| 135 | CHOUKET | Ameur | FSS - Sfax | amerchouket@gmail.com | PC77 |
| 136 | DALLEL | Mohamed | FST - Tunis | md.dall@live.fr | OC31C PC78 |
| 137 | DAMMAK | Lamia | FSS - Sfax | lamia-dammak@hotmail.fr | OC09A |
| 138 | DAMMAK | Mohamed | FSS - Sfax | meddammak@yahoo.fr | |
| 139 | DBIRA | Béchir | SCT / ISET - Zaghouan | bechir.dbira@isetsf.rnu.tn | |
| 140 | DBIRA | Sondes | FSG - Gabès | sondos.2010@live.com | OC48A PC79 |
| 141 | DBOUBA | Hassen | ISET - Zaghouan | hassen112002@yahoo.fr | PC80 |
| 142 | DENDENI | Maha | FST - Tunis | maha.dendeni@gmail.com | PC81 |
| 143 | DERAFA | Wassila | Farhat Abbas University - Sétif, Algeria | soussou.derafa@yahoo.fr | PC82 |
| 144 | DHAHRI | Mouldi | CNRSM - Borj Cédria | mouldidhahri@gmail.com | OC29B |
| 145 | DHAHRI | Nejeh | FSM - Monastir | dhahri_nejeh@yahoo.fr | PC83 |
| 146 | DHIEB | Abdelhamid Chiheb | FSB - Bizerte | dhiebchiheb@yahoo.fr | PC84 |
| 147 | DHOUIB | Bochra | FSS - Sfax | dhouibbochra86@yahoo.fr | PC85 |

| Nr. | Last Name | First Name | Institution | Email | Ref |
|---|---|---|---|---|---|
| 148 | DJEMEL | Samir | SCT / IPEIS - Sfax | samirjmal@yahoo.fr | |
| 149 | DOGHRI | Hanène | FST - Tunis | doghri.hanene@gmail.com | PC86 |
| 150 | DOUAHEM | Hajer | CNRSM - Borj Cédria | hajerdouahem@gmail.com | OC09B PC87 |
| 151 | DRIDI | Rihab | FST - Tunis | RIHAB018@LIVE.FR | PC88 |
| 152 | DRIDI | Sana | FSM - Monastir | sanadridi73@yahoo.fr | PC89 |
| 153 | DRIDI | Wafa | INRAP - Sidi Thabet | wafadrd@gmail.com | OC33C PC90 |
| 154 | DRIOUICH-CHAOUACHI | Rim | ISBST - Tunis | dodrim@gmail.com | OC50A |
| 155 | EFRIT | Mohamed Lotfi | FST - Tunis | medlotfi.efrit@gmail.com | |
| 156 | EL ATI-HELLAL | Myriam | IPEST - La Marsa | mfh22002@yahoo.fr | OC45C |
| 157 | EL KATEB | Mejda | ISEPBG - La Soukra | mkateb83@hotmail.fr | |
| 158 | EL KHAL | Hana | INSAT - Tunis | elkhal.hana@gmail.com | PC91 |
| 159 | EL KOUT | Emna | FST - Tunis | koutemna@gmail.com | PC92 |
| 160 | EL MABROUK | Besma | FSS - Sfax | mabroukbesma87@gmail.com | OC33B |
| 161 | ELAIEB | Fethi | ENIT - Tunis | elaieb.fethi@gmail.com | PC93 |
| 162 | ELAYDI | Khaoula | FSG - Gafsa | aydikhaoul@yahoo.fr | PC94 |
| 163 | ELAZIZI | Chiraz | CNRSM - Borj Cédria | chirazed2001@yahoo.fr | PC95 |
| 164 | ELFEHRI-BORCHANI | Karama | ENIS - Sfax | karama_fehri@yahoo.fr | OC22C |
| 165 | ELGHARBI | Sarra | CNRSM - Borj Cédria | elgharbisarra@gmail.com | OC05B PC96 |
| 166 | ELLEUCH | Haitham | FST - Tunis | elleuchhaitham@gmail.com | OC39A |
| 167 | ENNAIFER | Sadok | FST - Tunis | naifers@yahoo.fr | PC97 |
| 168 | ETTEYEB | Naceur | ISBAM - Médenine | naceur.etteyeb@gmail.com | OC49B |
| 169 | FADHLI | Marwa | FST - Tunis | marwafadhli@hotmail.fr | OC14B PC98 |
| 170 | FARHAT | Asma | ENIG - Gabès | farhatassma@yahoo.fr | PC99 |
| 171 | FARJALLAH | Asma | FSS - Sfax | asma.farjallah@hotmail.fr | OC10A |
| 172 | FERHI | Faten | FSS - Sfax | ferhifeten@yahoo.fr | PC100 |
| 173 | FEZAI | Radhouane | CNRSM - Borj Cédria | radouanne.fezei@yahoo.fr | |
| 174 | FILALI | Insaf | FSM - Monastir | insaf_filali@yahoo.fr | OC33A |
| 175 | FITOURI | Inès | FST - Tunis | inesfitouri884@gmail.com | OC20B |
| 176 | FLISS | Outaf | FST - Tunis | outaf.saidi@laposte.net | |
| 177 | FRAY | Asma | FST - Tunis | frayasma@gmail.com | PC101 |

| Nr. | Last Name | First Name | Institution | Email | Ref |
|---|---|---|---|---|---|
| 178 | GABSI | Wahiba | FSM - Monastir | wehibagsp@yahoo.fr | PC102 |
| 179 | GAFFOUR | Hafida | University of Tlemcen - Algeria | gaffourhafida@yahoo.fr | PC103 |
| 180 | GANNOUN | Chiraz | FST - Tunis | gannoun.chiraz@gmail.com | PC104 |
| 181 | GANNOUNI | Anis | FST - Tunis | anis.gannouni@gmail.com | PC105 |
| 182 | GARBOUT | Ahlem | CNRSM - Borj Cédria | ahlem_garbout1@yahoo.fr | PC106 |
| 183 | GARGOUBI | Adel | Ministère de l'agriculture | gargoubia@yahoo.fr | |
| 184 | GHANNAY | Siwar | FSM - Monastir | ghanay_s@yahoo.fr | OC21A |
| 185 | GHARBI | Amina | FSS - Sfax | amina.gharbi2010@yahoo.fr | PC107 |
| 186 | GHARBI | Asma | FSS - Sfax | gharbi_asma21@hotmail.com | PC108 |
| 187 | GHARBI | Soumaya | IPEST - La Marsa | gharbisoumaya10@gmail.com | OC46A |
| 188 | GHARIANI | Fairouz | CNRSM - Borj Cédria | gharianifairouz@yahoo.fr | OC08B |
| 189 | GHAZOUANI | Anis | FSM - Monastir | ghazouanianis2009@yahoo.fr | OC50C PC109 |
| 190 | GHAZOUANI | Nesrine | IPEST - La Marsa | ghazouani2009@gmail.com | OC51C |
| 191 | GHDIRA | Donia | FSM - Monastir | doniaghedira@yahoo.fr | OC13A |
| 192 | GHODBANE | Houda | ENIG - Gabès | houdagho@yahoo.fr | OC08C |
| 193 | GHOUDI | Fayrouz | FSG - Gabès | ghoudi.fairouz@yahoo.com | OC37B |
| 194 | GHRIBI | Afef | ENIG - Gabès | g.afef@hotmail.com | PC110 |
| 195 | GHRIBI | Lotfi | FSM - Monastir | lghribi@yahoo.fr | OC12C PC111 |
| 196 | GLOULOU | Monia | FSM - Monastir | glomonia@hotmail.fr | OC14A |
| 197 | GRENECHE | Jean-Marc | University of Maine - Le Mans, France | greneche@univ-lemans.fr | Conf6 |
| 198 | GUEDIDI | Hanen | FST - Tunis | guedidihanen@yahoo.fr | OC41C |
| 199 | GUEDOUAR | Habiba | FSM - Monastir | habiba.gued@gmail.com | OC16A PC112 |
| 200 | GUERMAZI | Refka | ENSIT - Montfleury | refka.guermazi@gmail.com | PC113 |
| 201 | GUESMI | Abderrahmen | FST - Tunis | gabderrahmen@yahoo.fr | |
| 202 | GUEZANE-LAKOUD | Samia | Badji Mokhtar University - Annaba, Algeria | g11_samia@yahoo.fr | PC114 |
| 203 | GUIZA | Sami | ENIG - Gabès | sami_guiza@yahoo.fr | PC115 |
| 204 | HACHICHA | Maha | FST - Tunis | hachicha19@gmail.com | PC116 |
| 205 | HADDAD | Amor | SCT / ISSAT - Mahdia | amor.haddad@planet.tn | Conf5 |
| 206 | HAJBI | Ferid | CNRSM - Borj Cédria | feridhajbi@gmail.com | PC117 |

| Nr. | Last Name | First Name | Institution | Email | Ref |
|---|---|---|---|---|---|
| 207 | HAJJI | Faten | ENIG - Gabès | faten_hajji@yahoo.fr | OC28C |
| 208 | HAJRI | Ahmed Houssem Eddin | Académie Militaire - Sousse | hajri.houssem@yahoo.fr | PC118 PC119 |
| 209 | HAMANDI | Marwa | FST - Tunis | marwahmandi@gmail.com | OC13B |
| 210 | HAMDEN | Zeineb | FSS - Sfax | zeineb.hamden@yahoo.fr | PC120 |
| 211 | HAMDI | Amel | FSS - Sfax | amal.hamdi40@yahoo.fr | OC16B |
| 212 | HAMDI | Raghda | CERTE - Borj Cédria | hamdi.raghda@gmail.com | OC34B |
| 213 | HAMMAMI | Asma | FST - Tunis | asma.chimiste@gmail.com | PC121 |
| 214 | HAMMAMI | Mahria | CNRSM - Borj Cédria | mahriahammami@yahoo.fr | OC29C |
| 215 | HAMMEDI | Tijani | FST - Tunis | tijanihamm@yahoo.fr | PC122 |
| 216 | HAMMI | Halim | SCT / CNRSM - Borj Cédria | halimhammi2009@gmail.com | |
| 217 | HAMROUNI | Kaouthar | FST - Tunis | hamrouni.kaouthar@hotmail.com | OC36A |
| 218 | HANNACHI | Ahmed | ENIG - Gabès | | |
| 219 | HANNACHI | Amira | FST - Tunis | amira.hannachi88@gmail.com | OC23B |
| 220 | HANNAFI | Ons | FST - Tunis | onshannafi@gmail.com | OC12B |
| 221 | HARRATH | Karim | FST - Tunis | karimharath2011@hotmail.fr | OC39B |
| 222 | HASSANI | Rym | FSM - Monastir | hassani.rim@gmail.com | OC17A PC123 |
| 223 | HATTAB | Amina | ENIG - Gabès | | OC44C |
| 224 | HBAIEB | Sabrine | FSS - Sfax | hbaiebsabrine@hotmail.fr | PC124 |
| 225 | HBAIEB | Souhaira | INRAP - Sidi Thabet | souhaira.bouchaira@gmail.com | PC125 |
| 226 | HELLAL | Fayçal | INSAT - Tunis | hellalf@yahoo.fr | |
| 227 | HERMI | Marwa | FSB - Bizerte | marwa1hermi@gmail.com | PC126 |
| 228 | HFAYEDH | Nasreddine | FST - Tunis | nasrohfayedh@gmail.com | PC127 |
| 229 | HOSNI | Nabil | FST - Tunis | hosnichimist@gmail.com | OC36B |
| 230 | HOUCHATI | Mohamed Ikbal | Technopole - Borj Cédria | ikb_med@yahoo.fr | PC128 |
| 231 | HRICHI | Hajer | INSAT - Tunis | hajerhrichi@yahoo.fr | PC129 |
| 232 | JAAFAR | Zouhour | FSM - Monastir | zouhourjaafar@gmail.com | PC130 |
| 233 | JABLI | Dhiab | FSB - Bizerte | jabli.dhiab@yahoo.fr | OC12A PC131 |
| 234 | JAMAOUI | Imen | FSM - Monastir | imen_j1987@hotmail.fr | OC29A |
| 235 | JANENE | Fatma | INRAP - Sidi Thabet | janene.fatma@yahoo.fr | PC132 |
| 236 | JAOUADI | Khaled | FSS - Sfax | khaledjaouadi@yahoo.fr | PC133 PC134 |

| Nr. | Last Name | First Name | Institution | Email | Ref |
|---|---|---|---|---|---|
| 237 | JARRAYA | Khaled | FSS - Sfax | | |
| 238 | JEBLI | Amira | FSS - Sfax | amira.jebli@yahoo.fr | PC135 |
| 239 | JELASSI | Amira | FSM - Monastir | amira_jelassi@hotmail.com | OC13C PC136 |
| 240 | JEMAL | Mohamed | FST - Tunis | jemal@planet.tn | |
| 241 | JHIDER | Nouha | ENIG - Gabès | nouha1982@voila.fr | PC137 |
| 242 | JOUINI | Houda | FST - Tunis | houdajouini17@gmail.com | OC11B |
| 243 | KAABI | Kamel | IPEIB - Bizerte | kamel_kaabi@yahoo.fr | PC138 |
| 244 | KAABI | Noura | FST - Tunis | kaabi.noura89@gmail.com | OC40C |
| 245 | KAABI | Rim | IPEST - La Marsa | kaabirim@hotmail.fr | |
| 246 | KACEM | Ibtissem | ESIAT - Tunis | ibtissem.kacem@yahoo.fr | OC04C PC139 |
| 247 | KAHLAOUI | Radhouene | FSB - Bizerte | rkahlawi@ymail.com | OC22B |
| 248 | KAHOUECH | Mourad Shady | ISEFC - Le Bardo | shady.kahouech@gmail.com | PC140 |
| 249 | KALLEL | Wannes | FSS - Sfax | | |
| 250 | KALLEL-KCHAOU | Nihel | CNRSM - Borj Cédria | nihel.kallel@yahoo.fr | OC04B |
| 251 | KAMMOUN-EL EUCH | Salma | ESIAT - Tunis | kmn_salma@yahoo.fr | OC05C PC141 |
| 252 | KAROUI | Amine | FSS - Sfax | amin.belgaroui25@hotmail.fr | OC32A |
| 253 | KAROUI | Sahel | ENIS - Sfax | karouisahel@yahoo.fr | OC27B |
| 254 | KEFI | Sana | FST - Tunis | kefisana7@gmail.com | OC46B |
| 255 | KETATA-KHITOUNI | Ilhem | FSS - Sfax | ilhem_ketata@yahoo.fr | PC142 |
| 256 | KHALFA | Leila | ENIG - Gabès | khalfaleila@yahoo.fr | OC38C |
| 257 | KHALFALLAH | Soumaya | INSAT - Tunis | soumaya.khalfallah@gmail.com | PC143 |
| 258 | KHEDHIRI | Lamia | FSB - Bizerte | Lamia.Khedhiri@gmail.com | OC01B |
| 259 | KHEMAKHEM | Maissa | ESIAT - Tunis | maissakhemakhem_tn@yahoo.fr | OC06C PC144 |
| 260 | KHEMAKHEM | Marwa | ENIS - Sfax | khemakhem.marwa1@gmail.com | OC24C |
| 261 | KHITOUNI | Mohamed | SCT / FSS - Sfax | khitouni@yahoo.fr | |
| 262 | KOUKI | Nouha | IPEIM - El Manar | kouki_nouha@hotmail.fr | PC145 |
| 263 | KTARI-DAMMAK | Lilia | FSS - Sfax | ktarililia@yahoo.fr | |
| 264 | LAAJIMI | Imed | SCT / FST - Tunis | imed.laajimi@gmail.com | |
| 265 | LABIDI | Islem | FST - Tunis | eng@gmail.com | PC146 |
| 266 | LAHIMER | Meriem | INSAT - Tunis | meriemlahimer@yahoo.fr | OC45A |
| 267 | LAMOUCHI | Imen | FSB - Bizerte | imenlamouchii@gmail.com | PC147 |

| Nr. | Last Name | First Name | Institution | Email | Ref |
|---|---|---|---|---|---|
| 268 | LAOUITI | Anouar | FSM - Monastir | la_anouar@yahoo.fr | PC148 |
| 269 | LOUATI | Hana | ENIS - Sfax | hana.louati@gnet.tn | PC149 |
| 270 | MAALOUL | Aya | ENIG - Gabès | maaloulaya@yahoo.fr | PC150 |
| 271 | MAATAR | Wafa | FSS - Sfax | wafa maatar@gmail.com | OC26C |
| 272 | MAHJOUB | Haithem | FSB - Bizerte | heithem-hl@hotmail.com | PC151 |
| 273 | MAHMOUDI | Khaled | CNRSM - Borj Cédria | mahmoudikhaled1984 @gmail.com | OC28B |
| 274 | MAHMOUDI | Sawssen | FST - Tunis | mahmoudiic@yahoo.fr | PC152 |
| 275 | MAJDOUB | Hatem | SCT / FSM - Monastir | hatemmajdoub20002 @yahoo.fr | |
| 276 | MALLEK | Radhia | FST - Tunis | radhia.mallek@gmail. com | OC40A |
| 277 | MAOUATI | Hamida | FST - Tunis | maouatihamida@gmai l.com | OC03A |
| 278 | MARGHSI | Mohamed | University of Ferhat Abbes, Sétif1 - Algeria | m_marghsi@yahoo.fr | PC153 |
| 279 | MARZOUK | Wièm | FSM - Monastir | marzouk.wiem@gmail .com | OC27C |
| 280 | MARZOUKI | Arij | FST - Tunis | marzouki_arij@yahoo. fr | PC154 |
| 281 | MASMOUDI | Fatma | ENIS - Sfax | faatmaa17@yahoo.fr | PC155 |
| 282 | MATTOUSSI | Meriam | FST - Tunis | amitaf02@outlook.com | OC39C |
| 283 | MAYOUFI | Atef | FST - Tunis | mayoufiatef@yahoo.c om | PC156 |
| 284 | MBARKI | Faten | FSB - Bizerte | mbarkifeten12@yahoo .fr | PC157 |
| 285 | MECHI | Lassaad | CERTE - Borj Cédria | mechilassaad@yahoo.fr | PC158 |
| 286 | MEDDEB | Ahmed | FST - Tunis | ahmeddeb@live.fr | PC159 |
| 287 | MEDIMAGH | Raouf | INRAP - Sidi Thabet | raoufmedimagh@gmai l.com | OC19C |
| 288 | MEGRICHE | Adel | SCT / FST - Tunis | adel.megriche@fsm.rn u.tn | |
| 289 | MEJDOUB | Rokaya | CNRSM - Borj Cédria | mejdoubrokaya@hotm ail.fr | PC160 |
| 290 | MEJRI | Alia | FST - Tunis | aliamejri_2007@yaho o.fr | OC41A |
| 291 | MEKNI | Sabrine | FSB - Bizerte | sabrine_mekni@hotma il.fr | PC161 |
| 292 | MERLET | Denis | University of Paris-Sud - Orsay, France | denis.merlet@u-psud.fr | Conf3 |
| 293 | MESSAÂDI | Aymen | CNRSM - Borj Cédria | messaadi_aymen02@y ahoo.fr | OC48B PC162 |
| 294 | METOUI | Rafika | FSS - Sfax | rafikametoui@yahoo.fr | PC163 |
| 295 | METREF | Farid | University of Sciences and Technology - Algeria | fmetref2000@yahoo.fr | PC164 |

| Nr. | Last Name | First Name | Institution | Email | Ref |
|---|---|---|---|---|---|
| 296 | MGHANDEF | Marwa | FST - Tunis | MarwaMghandef88@gmail.com | |
| 297 | MHAMDI | Aicha | FSB - Bizerte | aichamhamdi1987@gmail.com | PC165 |
| 298 | MHAMDI | Layla | FSS - Sfax | layla.mhamdi@voila.fr | PC166 |
| 299 | MHASNI | Olfa | INRAP - Sidi Thabet | olfa.mha@gmail.com | PC167 |
| 300 | MILAD | Rim | IPEST - La Marsa | rimmilad20@gmail.com | PC168 |
| 301 | MKADMINI-HAMMI | Khaoula | CBBC - Borj Cédria | kamanillos59@hotmail.fr | OC10C PC169 |
| 302 | MNIF | Amine | FST - Tunis | amine.mnif@gmail.com | PC170 |
| 303 | MNIF | Khadija | FSS - Sfax | mnif_khadija@yahoo.fr | OC23C |
| 304 | MOKADDEM | Sonia | FST - Tunis | soniamokaddem88@gmail.com | OC19B |
| 305 | MONSER | Lotfi | INSAT - Tunis | lotfi.monser@insat.rnu.tn | |
| 306 | MOUSSA | Souad | FSM - Monastir | souadmoussa@gmail.com | PC171 |
| 307 | MOUSSAOUI | Younes | FSG - Gafsa | y.moussaoui2@gmx.fr | PC172 |
| 308 | M'RABET | Hédi | FST - Tunis | mrabet.fst@gmail.com | |
| 309 | MRAD | Mouna | INSAT - Tunis | mouna.mrad@yahoo.fr | OC36C |
| 310 | MRAD | Sahar | FST - Tunis | saharmrad3@gmail.com | OC44B |
| 311 | MSAHEL | Malek | INRAP - Sidi Thabet | msahel.malek@gmail.com | OC17C |
| 312 | MTAT | Dalila | FSM - Monastir | daloula_rose@hotmail.fr | OC18A |
| 313 | NAGHMOUCHI | Ilhem | FSS - Sfax | naghmouchi.ilhem@yahoo.fr | PC173 |
| 314 | NAGHMOUCHI | Nahed | FSB - Bizerte | nghnahed@yahoo.fr | PC174 |
| 315 | NAILY | Nahed | CNRSM - Borj Cédria | nailynahed@gmail.com | PC175 |
| 316 | NAOUALI | Olfa | FSB - Bizerte | olfanaouali@yahoo.fr | PC176 |
| 317 | NASRI | Rawia | FST - Tunis | rawia_nasri@yahoo.com | PC177 |
| 318 | NMIRI | Ahmed | CNRSM - Borj Cédria | nmiriahmed@gmail.com | OC35B |
| 319 | NOURI | Faten | FSB - Bizerte | nourifeten@gmail.com | PC178 |
| 320 | OMRANI | Assia | FST - Tunis | omraniassia@gmail.com | PC179 |
| 321 | OMRANI | Rania | FST - Tunis | omrani.rania@gmail.com | PC180 |
| 322 | OMRI | Nabil | IPEST - La Marsa | omri_ingch@yahoo.fr | PC181 |
| 323 | OUERFELLI | Oussema | FST - Tunis | ouerfelli.9@gmail.com | PC182 |
| 324 | OUESLATI | Fethi | CERTE - Borj Cédria | foueslati@yahoo.fr | PC183 |
| 325 | OUESLATI-FERCHICHI | Yosra | FST - Tunis | oueslatiyosra@hotmail.fr | PC184 |
| 326 | RADHOUANI | Ahlem | FST - Tunis | halouma163@yahoo.fr | PC185 |

| Nr. | Last Name | First Name | Institution | Email | Ref |
|---|---|---|---|---|---|
| 327 | RAIES | Fayçal | ENIS - Sfax | faicelrais@yahoo.fr | PC186 |
| 328 | RAISSI | Wifek | INRAP - Sidi Thabet | wifekraissi@hotmail.com | OC51A |
| 329 | RAJAH | Mariem | FSS - Sfax | mariemrajah@yahoo.fr | OC35C |
| 330 | RAJHI | Sarra | FSB - Bizerte | rajhi.sarah28@gmail.com | PC187 |
| 331 | RAOUAFI | Amal | FST - Tunis | amal1raouafi@gmail.com | PC188 |
| 332 | REBHI | Atef | FSS - Sfax | rebhi_atef@yahoo.fr | PC189 |
| 333 | REKIK | Mohamed Ali | FSS - Sfax | rekik_medali@yahoo.fr | PC190 |
| 334 | REZGUI | Amina | FSM - Monastir | rezguiamina1@gmail.com | OC02B |
| 335 | REZGUI | Farhat | SCT / FST - Tunis | rez_far_far@yahoo.fr | |
| 336 | RIAHI | Mejdi | FST - Tunis | mejdiriahi1@gmail.com | PC191 |
| 337 | ROMDHANE | Mehrez | SCT / ENIG - Gabès | mehrez.romdhane@laposte.net | |
| 338 | RTIBI | Dhouha | FST - Tunis | rtibidhouha1988@gmail.com | OC45B |
| 339 | SAAD | Ali | FST - Tunis | ali.saad8803@gmail.com | PC192 |
| 340 | SAADAOUI | Asma | INRAP - Sidi Thabet | asmasaadaoui1@gmail.com | PC193 |
| 341 | SAADI | Adel | USTHB University - Algeria | asaadi@usthb.dz | PC194 |
| 342 | SAADI | Fatma | FST - Tunis | saadifatma276@gmail.com | PC195 |
| 343 | SADOUKI | Khouloud | FST - Tunis | kouloudsadouki@yahoo.fr | OC34C |
| 344 | SAHLI | Ines | INRAP - Sidi Thabet | sahli.ines86@yahoo.fr | PC196 |
| 345 | SAHLI-GANNOUNI | Rihab | INRAP - Sidi Thabet | rihab.sahli@gmail.com | PC197 |
| 346 | SAID | Hajer | CNRSM - Borj Cédria | hajer.said16@gmail.com | PC198 |
| 347 | SAID | Khemais | FSS - Sfax | said_khemais@yahoo.fr | PC199 PC200 |
| 348 | SAIDA | Fairouz | FST - Tunis | fairouz.saida@gmail.com | OC18B |
| 349 | SAIDI | Imen | INSAT - Tunis | imen_saidi@yahoo.fr | PC201 |
| 350 | SAIDI | Wassila | FST - Tunis | saidiwassilan87@yahoo.com | PC202 |
| 351 | SAIED | Tarak | FST - Tunis | tarak.saied@gmail.com | PC203 |
| 352 | SAKLY | Randa | FSM - Monastir | randa.sakly@yahoo.fr | PC204 |
| 353 | SALHI | Hanen | FST - Tunis | hanenbayna@yahoo.fr | OC37C PC205 |
| 354 | SAMCHA | Mariem | ETAP/CRDP | mariem.samcha@etap.com.tn | PC206 |
| 355 | SAMET | Youssef | FSS - Sfax | | |
| 356 | SANHOURY | Med Abderrahmane | FST - Tunis | senhourry@yahoo.com | OC22A |

| Nr. | Last Name | First Name | Institution | Email | Ref |
|---|---|---|---|---|---|
| 357 | SBEI | Najwa | FST - Tunis | najwasbei89@hotmail.fr | OC23A |
| 358 | SEBAI | Sihem | FST - Tunis | sihemsebai@hotmail.com | PC207 |
| 359 | SELMI | Wafa | FST - Tunis | selmiwafa88@gmail.com | OC31B PC208 |
| 360 | SIAÏ | Amira | CNRSM - Borj Cédria | amira_siai@hotmail.fr | OC03B PC209 |
| 361 | SLAMA | Soumaya | FST - Tunis | slamasouma@gmail.com | PC210 |
| 362 | SLIMI | Hela | FSS - Sfax | helaslimi@yahoo.fr | PC211 |
| 363 | SLITI | Samira | IPEST - La Marsa | sliti_samira@yahoo.fr | OC15C PC212 |
| 364 | SMIRANI | Wajda | FSB - Bizerte | | |
| 365 | SNOUSSI | Ahmed | ESIAT - Tunis | amd.snoussi@gmail.com | PC213 |
| 366 | SOUAMTI | Ahmed | FSB - Bizerte | souamtiahmed88@gmail.com | OC21B |
| 367 | SOUSSI-BAATOUT | Amira | FST - Tunis | soussiamira@gmail.com | OC41B |
| 368 | TABARKI | Mohamed Ali | FST - Tunis | daly.tabarki@gmail.com | PC214 |
| 369 | TAHRI | Walid | FSS - Sfax | walidtahri1980@yahoo.fr | PC215 |
| 370 | TAKTOUK | Sonia | FST - Tunis | soniataktouk@gmail.com | PC216 |
| 371 | TALBI | Arbia | FST - Tunis | | |
| 372 | TALBI | Imen | FSB - Bizerte | imen.talbi@live.com | PC217 |
| 373 | THABET | Makhlouf | FSS - Sfax | | |
| 374 | TKA | Najeh | FSM - Monastir | najeh_tka@yahoo.fr | OC24A PC218 |
| 375 | TOUATI | Fathi | INRAP - Sidi Thabet | | |
| 376 | TOUATI HADJ YOUSSEF | Mouna | FSM - Monastir | toumouna@yahoo.fr | PC219 |
| 377 | TOUMI | Mohamed | FSS - Sfax | | |
| 378 | TOUNSI | Hasib | FSS - Sfax | | |
| 379 | TRABELSI | Zina | ISTMT - Tunis | trabelsizina33@yahoo.fr | OC32C PC220 |
| 380 | TRIMECHE | Marwa | ISBAM - Médenine | trimeche.marwa@gmail.com | OC09C |
| 381 | TURKI | Asma | FST - Tunis | asmaturki@gmail.com | PC221 |
| 382 | TURKI | Faten | INRAP - Sidi Thabet | turk.faten@yahoo.fr | PC222 |
| 383 | TURKI | Taoufik | FST - Tunis | taoufiktrk@gnet.tn | |
| 384 | TURKI | Thouraya | CNRSM - Borj Cédria | tourkithouraya@yahoo.fr | PC223 |
| 385 | WAHBI | Aymen | FSB - Bizerte | wahbi.aymen@gmail.com | PC224 |
| 386 | WALHA | Khaled | FSS - Sfax | | |

| Nr. | Last Name | First Name | Institution | Email | Ref |
|---|---|---|---|---|---|
| 387 | WECHERINE | Intissar | FSB - Bizerte | samrouf2006@hotmail.com | PC225 |
| 388 | YAHYAOUI | Marwa | IPEST - La Marsa | marwayahyaoui@hotmail.fr | OC14C |
| 389 | YAHYAOUI | Marwa | FSB - Bizerte | my.marwayahyaoui@gmail.com | PC226 |
| 390 | YOUNES | Mohamed Kadri | FST - Tunis | younes.mohamedkadri@gmail.com | |
| 391 | ZAATOUR | Amira | INRAP - Sidi Thabet | zaatour.amira@gmail.com | OC42A |
| 392 | ZAMOURI | Olfa | FST - Tunis | zamouri.olfa@hotmail.fr | OC40B |
| 393 | ZAOUAK | Amira | FST - Tunis | amirazaouak@gmail.com | PC227 |
| 394 | ZARGOUNI | Yafa | FST - Tunis | zyafa@yahoo.fr | OC38B |
| 395 | ZARROUGUI | Ramzi | INRAP - Sidi Thabet | ramzi.zarrougui@gmail.com | OC43A |
| 396 | ZAYANE | Marwa | FSM - Monastir | marwa.zayane@yahoo.com | OC34A PC228 |
| 397 | ZEMA | Michele | University of Pavia - Italy | michele.zema@unipv.it | Conf1 |
| 398 | ZNATI | Mansour | FSM - Monastir | Znatimansour@yahoo.fr | OC35A PC229 |
| 399 | ZOUARI | Ridha | FSS - Sfax | | |
| 400 | ZOUARI | Sami | IPEIS - Sfax | zouari_sami@voila.fr | |
| 401 | ZOUARI | Sana | FSS - Sfax | zouari_sana85@yahoo.fr | OC32B |